



Pedro Bibe da Costa

**Aplicação dos Métodos de Cálculo de
Incertezas Utilizados na Calibração de
Balanças Manométricas (Padrões
Primários de Pressão)**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em
Engenharia Mecânica

Orientadora: Professora Doutora Helena Víctorovna Guitiss Navas,
Professora Auxiliar, FCT/UNL

Júri:

Presidente: Prof.^a Ana Sofia Leonardo Vilela de Matos

Arguentes : Prof.^a Doutora Carla Maria Moreira Machado
Prof.^a Maria da Glória Pereira Antunes

Vogal: Prof.^a Doutora Helena Víctorovna Guitiss Navas



FACULDADE DE
CIÊNCIAS E TECNOLOGIA
UNIVERSIDADE NOVA DE LISBOA

Março de 2013

Aplicação dos Métodos de Cálculo de Incertezas Utilizados na Calibração de Balanças Manométricas (Padrões Primários de Pressão)

Copyright ©2013 de Pedro Bibe da Costa, FCT/UNL.

A Faculdade de Ciências e Tecnologia e a Universidade Nova de Lisboa têm o direito, perpétuo e sem limites geográficos, de arquivar e publicar esta dissertação através de exemplares impressos reproduzidos em papel ou de forma digital, ou por qualquer outro meio conhecido ou que venha a ser inventado, e de a divulgar através de repositórios científicos e de admitir a sua cópia e distribuição com objectivos educacionais ou de investigação, não comerciais, desde que seja dado crédito ao autor e editor.

Agradecimentos

O presente trabalho representa o culminar de uma importante etapa da minha vida, tanto a nível pessoal como académico, e a sua realização não teria sido possível sem todos aqueles que me deram suporte e apoio.

Como tal, gostaria de agradecer em primeiro aos meus colegas, amigos, e à minha família, em especial aos meus pais e irmã, pelo seu apoio incondicional e facilidades que proporcionaram ao longo destes anos.

Agradeço ao Instituto Português da Qualidade pelo estágio proporcionado, uma experiência que me marcou profundamente e indispensável à realização deste trabalho.

Por último, e talvez mais importante à realização deste trabalho, Agradeço à minha orientadora, Professora Doutora Helena Navas, pela sua disponibilidade, pelo seu apoio, e pelos seus conselhos.

Resumo

A medição de Pressão desempenha um papel de grande importância no mundo moderno. Impulsionada pela máquina a vapor e a revolução industrial, a metrologia de Pressão tem evoluído constantemente de modo a acompanhar a crescente exigência de indústrias modernas relativamente ao rigor e exatidão dos instrumentos de medição.

Nenhum valor de medição pode ser devidamente interpretado sem que este seja acompanhado de uma estimativa da incerteza, e deve ser possível o seu rastreamento através de uma cadeia ininterrupta de comparações a uma referência.

As Balanças Manométricas são dos instrumentos de medição de Pressão com maior repetibilidade de medição, sendo por isso utilizadas como padrão primário de Pressão.

Mantendo uma Pressão calculável, ao invés de uma medição direta, a sua calibração envolve a determinação de valores da Área Efetiva à Pressão nula, e do coeficiente de distorção, que definem a Área Efetiva do conjunto Pistão-Cilindro em função da Pressão.

Neste trabalho foram abordados diferentes métodos de calcular estes parâmetros assim como estimar as suas incertezas.

Verificou-se que o método mais simples, o dos Mínimos Quadrados Ordinários é o menos robusto, e que pode ser ligeiramente melhorado se for ignorado um ponto da sua amostragem.

O método dos Mínimos Quadrados Ponderados, apresentou-se como o modelo mais equilibrado, apresentando resultados consideravelmente melhores que as duas variantes do método dos Mínimos Quadrados Ordinários, e virtualmente tão robustos como o método dos Mínimos Quadrados Generalizados, que se mostrou excessivamente complexo, sendo apenas marginalmente mais eficiente que o método dos Mínimos Quadrados Ponderados.

Palavras-chave: Balança Manométrica, Área Efetiva, Área Efetiva à Pressão Nula, coeficiente de distorção, Mínimos Quadrados Ordinários, Mínimos Quadrados Ponderados, Mínimos Quadrados Generalizados, MQO, MQP, MQG.

Abstract

The measurement of pressure plays an extensive and important role in the modern world. Powered by the industrial revolution, pressure metrology has been constantly evolving in order to keep up with accuracy demands from ever evolving industries.

No measurement value can be properly interpreted without an accompanying estimate of its uncertainty, and should be traceable through an unbroken chain of comparisons to a reference.

Pressure Balances are amongst the most reproducible of pressure instruments, and as such used as primary pressure standard for calibrating a wide range of pressure gauges.

Since they maintain a calculable pressure rather than a measure, its calibrating procedure involves determining the values of the effective area at null pressure, as well as the pressure distortion coefficient, that define the effective area of the Piston-Cylinder assembly as a function of pressure.

In this project, various methods were approached to determine and estimate the uncertainties of these parameters.

For all cases, though the easiest, Ordinary Least Squares, was determined to be the less robust method and some improvement was found upon excluding one of the measurement points from the data population, Ordinary Least Squares first value excluded.

Weighted Least Squares proved to be the most balanced, providing great improvement on both Ordinary Least Squares based methods, and virtually as robust as Generalized Least Squares method, which was only marginally better than Weighted Least Squares, though excessively complex and time consuming

Keywords: pressure balance, effective area, distortion coefficient, ordinary least squares, weighted least squares, generalized least squares, OLS, WLS, GLS.

Índice

1.	Introdução	1
1.1	Enquadramento e Objetivos da Dissertação.....	1
1.2	Estrutura da Tese.....	2
2.	IPQ e Metrologia de Pressão.....	3
2.1	Instituto Português da Qualidade	3
2.2	Definição de Pressão.....	5
2.3	Balanças Manométricas	8
2.4	Comparação <i>Cross-Float</i>	12
3.	Introdução às Técnicas de Medição	15
4.	Procedimentos Experimentais e Cálculos da Área Efetiva e Pressão de Referência.	19
4.1	Caracterização do Equipamento e Conjunto de Massas	19
4.2	Caracterização dos ensaios.....	24
4.3.	Determinação da Área Efetiva	27
5.	Métodos dos Mínimos Quadrados	29
5.1	Mínimos Quadrados Ordinários (<i>Ordinary Least Squares</i> – OLS)	29
5.2	Mínimos Quadrados Ordinários com exclusão, (OLS-1)	31
5.3	Mínimos Quadrados Ponderados (<i>Weighted Least Squares</i> - WLS)	32
5.4	- Mínimos Quadrados Generalizados (<i>Generalized Least Squares</i> - GLS)	34
6.	Estimativa de Incertezas.....	37
6.1	Estimativa da incerteza da Área Efetiva	37
6.1.1	Incerteza de Tipo A	37
6.1.2	Incerteza de Tipo B	37
6.1.3	Estimativa da Incerteza Combinadas	41
6.2	Estimativa da Incerteza da Pressão Medida com a Balança de Referência	41
6.2.1	Incerteza de Tipo A	41
6.2.2	Incerteza de Tipo B	42
6.2.3	Estimativa da Incerteza Combinada.....	45
7.	Comparação e discussão dos resultados.....	47
8.	Conclusão.....	55
9.	Bibliografia	57
Anexo A	Termos e definições de cariz metrológicos	59
Anexo B	Massas de ajuste	61
Anexo C	Desvios relativos.....	65

Índice de Figuras

FIGURA 2.1 - ORGANOGRAMA DO SISTEMA PORTUGUÊS DA QUALIDADE	3
FIGURA 2.2 - PRESSÃO EXERCIDA PELA COLISÃO DE PARTÍCULAS NUM RECIPIENTE FECHADO.	5
FIGURA 2.3 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DOS MODOS DE PRESSÃO.	7
FIGURA 2.4 - VISTA DE CORTE DO CONJUNTO PISTÃO-CILINDRO.....	8
FIGURA 2.5 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DA ÁREA EFETIVA E SUPERFÍCIE NEUTRA.	8
FIGURA 2.6 - VISTA DE CORTE DE UMA BALANÇA MANOMÉTRICA EM SITUAÇÃO DE ENSAIO, COM CARREGAMENTO GENÉRICO DE MASSAS.....	9
FIGURA 2.7 - BALANÇA MANOMÉTRICA EM MODO DE MEDIÇÃO DE PRESSÃO ABSOLUTA.	9
FIGURA 2.8 - REPRESENTAÇÃO ESQUEMÁTICA DE UMA COMPARAÇÃO EM <i>CROSS-FLOAT</i>	13
FIGURA 4.1 - DH5304 E RESPECTIVO CONJUNTO DE MASSAS.....	19
FIGURA 4.2 - SISTEMA DE MONITORIZAÇÃO DE POSIÇÃO DO PISTÃO COM UTILIZAÇÃO DO SINO.	20
FIGURA 4.3 - BALANÇA MANOMÉTRICA M1900/5, TESTE.	22
FIGURA 4.4 - DISPERSÃO DA ÁREA EFETIVA EXPERIMENTAL EM FUNÇÃO DA PRESSÃO DE REFERENCIA.	28
FIGURA 6.1 - DISPERSÃO DA TEMPERATURA DO CONJUNTO PISTÃO-CILINDRO DA BALANÇA MANOMÉTRICA DE REFERENCIA.	43
FIGURA 7.1 - COMPARAÇÃO DA ÁREA EFETIVA A PRESSÃO NULA E RESPECTIVAS INCERTEZAS EXPANDIDAS.	47
FIGURA 7.2 - COMPARAÇÃO DO COEFICIENTE DE DISTORÇÃO E RESPECTIVAS INCERTEZAS EXPANDIDAS.	48
FIGURA 7.3 - ÁREA EFETIVA AJUSTADA EM FUNÇÃO DA PRESSÃO.	49
FIGURA 7.4 - DESVIOS RELATIVOS DA ÁREA EFETIVA AJUSTADA $m2$	50
FIGURA 7.5 -DESVIO RELATIVO DE Ap EM FUNÇÃO DA PRESSÃO.	53

Índice de Tabelas

TABELA 4.1 - DH5304A CARACTERÍSTICAS E ESPECIFICAÇÕES, REFERENCIA.	19
TABELA 4.2 - ESPECIFICAÇÕES DO CONJUNTO DE MASSAS 3526, REFERENCIA.	21
TABELA 4.3 - PRESSUREMENTSM1900/5 CARACTERÍSTICAS E ESPECIFICAÇÕES, TESTE.	22
TABELA 4.4 - ESPECIFICAÇÕES DO CONJUNTO DE MASSAS, TESTE.....	23
TABELA 4.5 - MASSAS APLICADAS NA BALANÇA DE TESTE.	24
TABELA 4.6 - MASSAS APLICADAS NA BALANÇA DE REFERENCIA.	24
TABELA 4.7 - MASSAS DE AJUSTE EM GRAMAS (G), APLICADAS NA BALANÇA DE REFERENCIA.	25
TABELA 4.8 - TEMPERATURAS EM GRAUS CELSIUS (°C) DO CONJUNTO PISTÃO-CILINDRO, REFERENCIA.	25
TABELA 4.9 - TEMPERATURAS EM GRAUS CELSIUS (°C) DO CONJUNTO PISTÃO-CILINDRO, TESTE.	26
TABELA 4.10 - MASSA VOLÚMICA CORRIGIDA, ÓLEO SEBACATE (Kg/m^3).	26
TABELA 4.11 - PRESSÃO DE REFERENCIA EM PASCAL (PA).....	27
TABELA 4.12 - ÁREA EFETIVA DA BALANÇA EM CALIBRAÇÃO (m^2).	28
TABELA 5.2 - RESUMO DOS RESULTADOS OLS-1.	31
TABELA 5.3 - RESUMO DOS RESULTADOS WLS.....	33
TABELA 5.4 - RESUMO DOS RESULTADOS GLS.....	36
TABELA 7.1 - A_0 , λ E RESPETIVAS ESTIMATIVAS DE INCERTEZA.	47
TABELA 7.2 - ÁREA EFETIVA AJUSTADA UTILIZANDO MÉTODOS MINIMOS QUADRADOS (m^2)	49
TABELA 7.3 - DESVIOS RELATIVOS DO CÁLCULO DA ÁREA EFETIVA AJUSTADA(m^2).	50
TABELA 7.4 - GRAU DE EQUIVALENCIA OLS.	51
TABELA 7.5 - GRAU DE EQUIVALENCIA OLS-1.	51
TABELA 7.6 - GRAU DE EQUIVALENCIA WLS.	52
TABELA 7.7 - GRAU DE EQUIVALENCIA GLS.	52
TABELA 7.8 - EXTREMOS MMQ.	53

Siglas e Acrónimos:

A	-	Área da superfície de contacto (m^2)
A_0	-	Área Efetiva da balança de teste à Pressão nula e temperatura de referência (20°C), (m^2).
A_{0_ref}	-	Área do pistão da balança de referencia à Pressão nula, (m^2).
A_p	-	Área Efetiva ajustada do conjunto pistão-cilindro, a t_r e p_e , (m^2).
A_{pj}	-	Área do pistão da balança em calibração no ponto j , (m^2).
b	-	Estimativa de β
c	-	Perímetro do pistão, (m)
$cov(A_0, \theta_1)$	-	Covariância de A_0 e θ_1
C_X	-	Matriz de dimensão 5×9 contendo as derivadas parciais $\frac{\partial h_l}{\partial X_i}$
C_Y	-	Matriz de sensibilidade, de dimensão 5×5 contendo as derivadas parciais $\frac{\partial h_l}{\partial p_j}$
D_x	-	Grau de equivalência
F_N	-	Força normal (N)
g	-	Aceleração gravítica no laboratório onde se realizam os ensaios, (m/s^2)
g_j	-	Valor da ponderação
k	-	Fator de expansão
L	-	Grandeza de comprimento
m	-	Massa (Kg)
M	-	Grandeza de massa
m_{ci}	-	Massa individual de cada peso aplicado no pistão, incluindo elementos flutuantes, (Kg)
m_i	-	Massa aplicada (Kg), incluindo elementos flutuantes, o pistão e o sino também é contabilizada como massas
m_{i_ref}	-	Massas individuais aplicadas na balança de referência, (Kg).
m_{ij}	-	Massas aplicadas na balança de em calibração, no ponto j , (Kg).
n	-	Número de observações
P	-	Grandeza de Pressão
p	-	Pressão (Pa)
p_{abs}	-	Pressão obtida em modo absoluto, (Pa)
p_e	-	Pressão Efetiva na base do pistão, (Pa)
p_j	-	Pressão de referência, (Pa).
$p_{\Delta h}$	-	Pressão na base da coluna de fluido, (Pa)
\bar{q}	-	Média aritmética de valores observados q_j

$s(\bar{q})$	-	Variância experimental da média
$s(q)$	-	Variância experimental
T	-	Grandeza de tempo
t	-	Temperatura do conjunto pistão-cilindro, (°C)
t_{j_ref}	-	Temperatura do conjunto Pistão-Cilindro da balança de referência durante o ensaio, (°C).
t_r	-	Temperatura de referência do conjunto pistão-cilindro, (20°C)
$u_A(A_0)$	-	Incerteza de Tipo A da Área Efetiva à Pressão nula
$u_A(\lambda)$	-	Incerteza de Tipo A do Coeficiente de distorção
U_{A_e}	-	Matriz de covariância de A_e
u_i	-	Desvio padrão experimental do cálculo da área Efetiva para cada ponto.
U_X	-	Matriz de covariância de dimensão 9×9 associada às grandezas de entrada $X = x$
U_y	-	Matriz de covariância, de dimensão 5×5 , relativa à Pressão calculada Y .
$V(A_0)$	-	Variância da Área Efetiva à Pressão nula
$V(\theta_1)$	-	Variância do declive da regressão linear
X_i	-	Grandezas de entrada
x_i	-	Estimativa das grandezas de entrada
Y	-	Grandeza de saída ou mensuranda
y	-	Estimativa da grandeza de saída ou mensuranda
α_c	-	Coeficiente de expansão térmica linear do cilindro
α_p	-	Coeficiente de expansão térmica linear do pistão
Δh	-	Diferença de altura entre o nível de referência das duas balanças manométricas, (m)
θ_1	-	Declive da regressão linear
λ	-	Coeficiente de distorção
ρ_{m_i}	-	Massa volúmica de cada massa i , (Kg/m^3)
ρ_0	-	Valor da massa volúmica das massas convencionais, $\rho_0 = 8000$ (Kg/m^3)
ρ_{0a}	-	Valor convencional da massa volúmica do ar, $\rho_{0a} = 1.2$ (Kg/m^3)
ρ_a	-	Massa volúmica do ar, (Kg/m^3)
ρ_{seb}	-	Massa volúmica do Óleo de Sebacate, (Kg/m^3)
σ	-	Tensão superficial do óleo, (dyn/cm)
μ	-	Pressão residual, (Pa)

BIPM	-	<i>Bureau International des Poids et Mesures</i>
BM	-	Balança Manométrica
CEN	-	<i>Comité Européen de Normalisation</i>
CGPM	-	<i>Conference General des Poids et Mésures</i>
DH	-	Desgranges & Huot
EURAMET	-	<i>European Association of National Metrology Institutes</i>
FCT	-	Faculdade de Ciências e Tecnologia
GLS	-	<i>Generelized Least Square method</i>
GUM	-	<i>Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement</i>
IPQ	-	Instituto Português da Qualidade
ISO	-	<i>International Organization for Standardization</i>
JCGM	-	<i>Joint Committee for Guides in Metrology</i>
LCM	-	Laboratório Central de Metrologia
LMA	-	Laboratório de Massa (IPQ)
LNE	-	<i>Laboratoire National de Métrologie et déssais</i>
LNM	-	Laboratório Nacional de Metrologia
MMQ	-	Métodos dos Mínimos Quadrados
MQG	-	Método dos Mínimos Quadrados Generalizados (GLS)
MQO	-	Método dos Mínimos Quadrados Ordinários (OLS)
MQP	-	Método dos Mínimos Quadrados Ponderados (WLS)
NIST	-	<i>National Institute of Standards and Technology</i> , Estados Unidos da América
NPL	-	<i>National Physical Laboratory</i> , Reino Unido
OIML	-	<i>International Organization for Legal Metrology</i>
OLS	-	<i>Ordinary Least Square method</i>

OLS-1	-	<i>Ordinary Least Square method 1st value excluded</i>
ONN	-	Organismo Nacional de Normalização
PCA	-	<i>Pyston Cylinder Assembly</i> (Conjunto Pistão-Cilindro)
SI	-	Sistema Internacional de Unidades
SPQ	-	Sistema Português da Qualidade
VIM	-	Vocabulário Internacional de Metrologia
WLS	-	<i>Weighted Least Square method</i>

1. Introdução

1.1 Enquadramento e Objetivos da Dissertação

A calibração de uma balança manométrica (BM) envolve a determinação do valor da Área Efetiva do pistão à Pressão nula assim como do coeficiente de distorção com a Pressão, ambos necessários para determinar a Área Efetiva do conjunto Pistão-Cilindro em função da Pressão.

Existem vários métodos para o cálculo destes parâmetros, assim como da estimativa das incertezas dos mesmos, podendo os resultados da calibração variar de forma significativa, consoante o método aplicado.

Neste trabalho, com a orientação da Professora Eng.^a Helena V. G. Navas, pretende-se fazer uma análise comparativa, das diferentes abordagens utilizadas, na determinação da estimativa das incertezas assim como dos parâmetros necessários para o cálculo da Área Efetiva, os resultados serão utilizados para avaliar o método mais adequado. Resultados que se pretendem verificar experimentalmente no âmbito do estágio realizado no Laboratório de Massa Força e Pressão, localizado no Laboratório Central de Metrologia do Instituto Português da Qualidade.

Posteriormente as folhas de cálculo utilizadas nos cálculos, deverão ser adaptadas aos diferentes métodos para possível implementação.

1.2 Estrutura da Tese

Esta dissertação é constituída por sete capítulos, divididos em vários subcapítulos.

O primeiro capítulo serve como introdução.

No segundo capítulo é feita breve introdução ao Sistema Português da Qualidade (SPQ) e ao Instituto Português da Qualidade (IPQ), assim como é feita uma apresentação à metrologia de Pressão, descrevendo ainda o funcionamento das balanças manométricas de Pressão, e o seu método de calibração.

O terceiro capítulo refere alguns métodos básicos de tratamento estatístico e faz uma primeira introdução aos métodos dos mínimos quadrados.

No quarto capítulo são descritos e especificadas as balanças manométricas utilizadas assim como descreve os ensaios, são ainda calculadas a Área e Pressão que serão utilizadas como referencia.

O quinto capítulo é dedicado à implementação dos métodos dos mínimos quadrados apresentados no terceiro capítulo.

No sexto são explicadas as fontes de incertezas de Tipo A e Tipo B e o seu peso nesta comparação.

O sétimo capítulo compara e analisa os resultados obtidos dos métodos aplicados.

O último capítulo contém a conclusão do estudo feito, assim como propostas de continuação.

2. IPQ e Metrologia de Pressão

“A metrologia, enquanto ciência da medição, fornece o suporte material fiável ao sistema de medições, essencial nos setores da economia, da saúde, da segurança e do ambiente, constituindo uma infraestrutura tecnológica essencial nas sociedades modernas.” [1].

2.1 Instituto Português da Qualidade

O Instituto Português da Qualidade (IPQ), é o instituto público gestor da coordenação e desenvolvimento do Sistema Português da Qualidade (SPQ), assim como de outros sistemas de qualificação regulamentar atribuídos por lei [2], promovendo e coordenando atividades com o intuito contributivo e demonstrativo da credibilidade de ação dos agentes económicos, desenvolvendo atividades inerentes à função de laboratório nacional de metrologia.

Assegura a coordenação de três subsistemas, da normalização, da qualificação e da metrologia, figura 2.1.

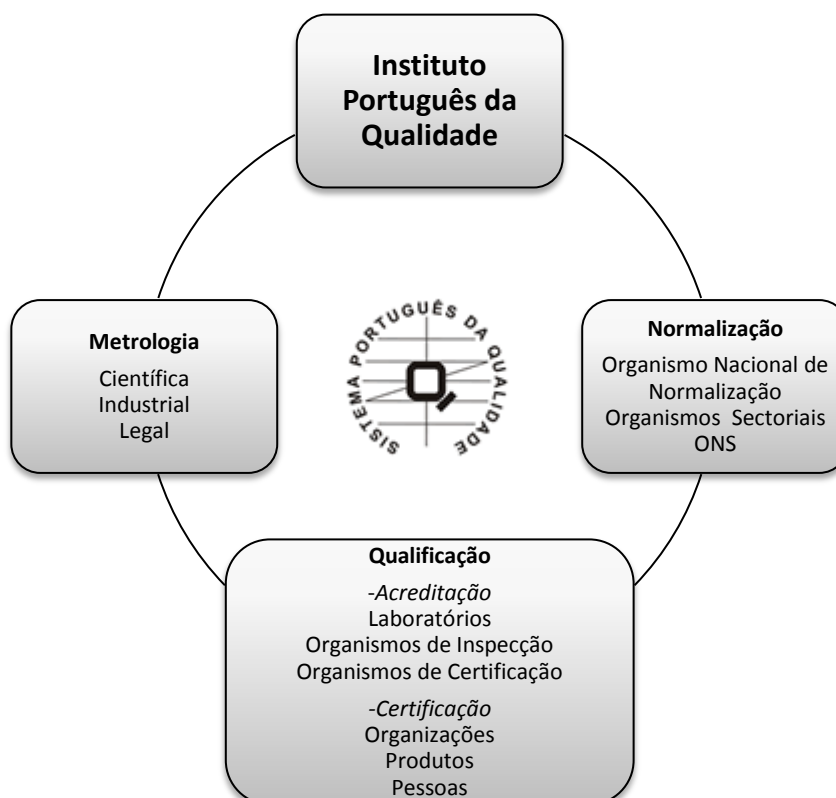


Figura 2.1 - Organograma do Sistema Português da Qualidade

Compete ao IPQ, como Organismo Nacional de Normalização (ONN), a promoção e elaboração de normas portuguesas, de modo a garantir a coerência e atualidade do acervo normativo nacional e promover o ajustamento de legislação nacional sobre produtos às normas da União Europeia.

Enquanto Instituição Nacional de Metrologia, compete também ao Instituto Português da Qualidade, garantir o rigor e a exatidão das medições realizadas, assegurar a sua comparabilidade e rastreabilidade, a nível nacional e internacional, realizar, manter e desenvolver os padrões das unidades de medida.

Para além de controlo metrológico, no domínio regulamentar, o IPQ é responsável pelo cumprimento dos procedimentos das diretivas comunitárias cuja aplicação acompanha e pela notificação prévia de normas e regras técnicas no âmbito da União Europeia e da Organização Mundial do Comércio.

Com vista ao desenvolvimento sustentado do País e ao aumento da qualidade de vida da sociedade em geral, o IPQ prossegue as suas atribuições assente nos princípios da Credibilidade e Transparência, da Horizontalidade, da Universalidade, da Coexistência, da Descentralização e da Adesão livre e voluntária, orientando a atividade de numerosos organismos que com ele colaboram, aplicando e promovendo o uso generalizado de procedimentos, de técnicas, metodologias e especificações reconhecidos a nível europeu e/ou internacional.

No que concerne à participação ao nível internacional, o IPQ assegura a representação de Portugal em inúmeras estruturas europeias e internacionais relevantes para a sua missão, designadamente:

-European Committee for Standardization (CEN)

-European Committee for Electrotechnical Standardization (CENELEC)

-International Electrotechnical Commission (IEC)

-Conférence Générale des Poids et Mesures (CGPM)

-International Organization for Legal Metrology (OIML)

-International Organization for Standardization (ISO).

2.2 Definição de Pressão

Matematicamente, é a grandeza escalar que relaciona o vetor elemento de superfície (Vetor normal à superfície), com a resultante Normal da força atuante sobre a mesma, a Pressão é então a constante de proporcionalidade escalar, que relaciona estes dois vetores à superfície (equação 1)[3].

$$P = \frac{F_N}{A} \quad (1)$$

Onde:

P	-	Pressão (Pa)
F_N	-	Força normal (N)
A	-	Área da superfície de contacto (m^2)

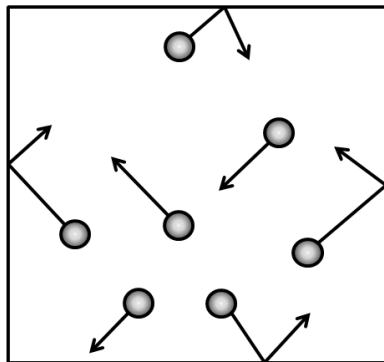


Figura 2.2 - Pressão exercida pela colisão de partículas num recipiente fechado.

Fisicamente é melhor descrita como o resultado do impacto de moléculas de um gás ou líquido no seu meio envolvente ou recipiente (figura 2.2).

A sua dimensão depende diretamente da força (F) dos impactos em determinada superfície de área (A) conhecida.

A Pressão não é uma grandeza base, mas, como definido pelo Sistema internacional de unidades (SI), uma grandeza derivada, que podem ser decompostas em grandezas base de comprimento, massa, e tempo.

Se a Pressão é definida por força por unidade de área, e a força é definida, pela segunda lei de Newton, como o produto da massa, e a razão do tempo de mudança de velocidade, expressão 2.

$$P = \frac{\text{massa} \times \frac{\text{comprimento}}{\text{Tempo}^2}}{\text{comprimento}^2} = \frac{M \times \frac{L}{T^2}}{L^2} = \frac{M}{L \times T^2} \quad (2)$$

Onde:

P	-	Grandeza de Pressão
M	-	Grandeza de massa
L	-	Grandeza de comprimento
T	-	Grandeza de tempo

Demonstrando que a Pressão é uma grandeza derivada, definida em função de três grandezas de base ($M \cdot L^{-1} \cdot T^{-2}$).

Associando às respectivas unidades base definidas pelo Sistema Internacional de grandezas (SI), $Kg \cdot m^{-1} \cdot s^{-2}$, simplificado recorrendo a unidade SI da força, $N \cdot m^{-2}$, no entanto, por uma questão de conveniência, o SI adotou em 1971 um símbolo específico para a Pressão, o Pascal (Pa).

$$1 \text{ Pa} = 1 \text{ m}^{-1} \cdot Kg \cdot s^{-2}$$

Como nem sempre é utilizado o sistema SI, por conveniência de certos instrumentos de medição, ou simplesmente por costume de utilização de outro sistema de unidades, existe uma série de outras unidades de medição (tabela 2.1)[4], que podem ser utilizadas para quantificar uma medição de Pressão, muitas delas vão caindo em desuso devido à crescente necessidade de uniformidade e estandardização, ou simplesmente pela sua resolução não se adequar aos instrumentos de precisão modernos, como é o caso de unidades manométricas.

Tabela 2.1 - Principais sistemas de unidades referentes à Pressão e respetiva conversão ao SI.

Unidade	Símbolo	Equivalência SI
Pascal	<i>Pa</i>	1
Bar	<i>bar</i>	1×10^5
Hectopascal	<i>hPa</i>	100
Milímetro de mercúrio	<i>mmHg</i>	133.322 ...
Polegada de mercúrio	<i>inHg</i>	3386.39 ...
Polegada de água	<i>inH₂O</i>	248.6 ... a 249.1 ...
Torr	<i>torr</i>	$101325/760$
Quilograma-força por centímetro quadrado	<i>Kgf/cm²</i>	98066.5
Libra-força por polegada quadrada	<i>lbf/in²</i>	6894.76

Se um recipiente selado não contivesse no seu interior qualquer molécula, a sua Pressão seria zero, pressões medidas numa escala que utilize este valor como referência são indicadas como medições feitas em Pressão absoluta.

No entanto são raras as aplicações em que seja utilizada esta escala, a escala mais frequentemente utilizada é aquela que utiliza a Pressão atmosférica como zero, Pressão relativa. Por exemplo, um pneu de um automóvel dito “vazio” indica uma Pressão relativa de zero, no entanto contem ar no seu interior à Pressão atmosférica.

$$\text{Pressão absoluta} = \text{Pressão atmosférica} + \text{Pressão relativa}$$

Em alguns casos, pouco interesse tem o conhecimento do valor absoluto ou relativo da Pressão, mas o valor da diferença entre dois sistemas, Pressão diferencial. Como por exemplo em gasodutos, onde o fluxo nas condutas vai depender da diferença de pressões entre dois extremos.

A figura 2.3[4] apresenta esquematicamente os vários modos de medição de Pressão.

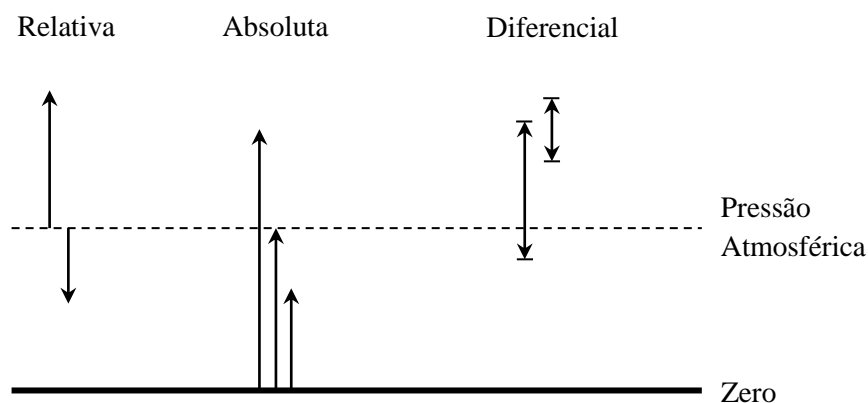


Figura 2.3 - Representação esquemática dos modos de Pressão.

Existe uma enorme variedade de métodos e equipamentos especificamente projetados para obter uma medição de Pressão, alguns fundamentais no seu funcionamento, como a medição da coluna hidrostática de um líquido de massa volúmica conhecida (por exemplo barômetro de mercúrio). Outros medem a deformação mecânica de um sensor, seja ele um diafragma ou um tubo de *Bourdon*, outros de medição indireta, analisam variações de propriedades físicas, como a condutividade térmica e viscosidade, de modo a obter medições de pressões tão baixas que sensores mecânicos não têm a sensibilidade necessária. Neste trabalho foram utilizadas balanças manométricas.

2.3 Balanças Manométricas

As balanças manométricas (ou balanças de Pressão), são dos instrumentos de medição de Pressão com maior repetibilidade de medição, sendo por isso utilizados na calibração de outros instrumentos de medição de Pressão, mecânicos e/ou elétricos. Não é um instrumento prático para obter registos de Pressão imediatos, pois permitem apenas obter um valor calculável de Pressão quando carregadas com um valor específico de massas [5].

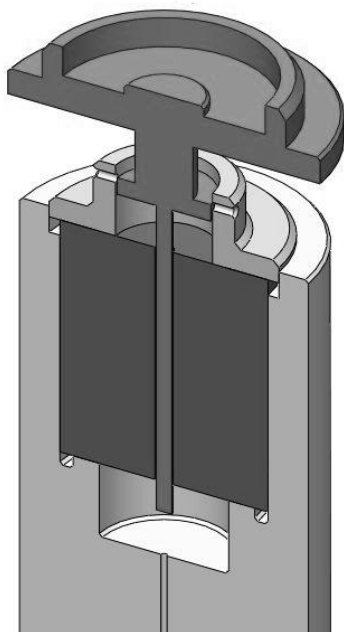


Figura 2.4 - Vista de corte do conjunto Pistão-Cilindro.

A Pressão na base do pistão é calculada conhecendo o valor exato das massas colocadas sobre o pistão, o valor da aceleração gravítica local, e a respetiva Área Efetiva do conjunto pistão-cilindro, definida como a área da secção circular, limitada pela superfície neutra do fluido entre o pistão e o cilindro (figura 2.5). Este espaçamento é necessário de modo a que enquanto o pistão rode sejam minimizadas as forças de atrito entre os dois elementos, evitando mesmo possíveis encravamentos originados pela ação de forças de atrito estático [6].

Os elementos básicos de uma balança manométrica são o conjunto pistão e cilindro (figura 2.4), maquinados com elevado nível de acabamentos superficiais e dimensionais, montados verticalmente, em que o pistão, de geometria cilíndrica, roda livremente no interior do respetivo cilindro. A Pressão é aplicada na base do pistão, originando uma força vertical de sentido ascendente, cuja ação é contrabalançada pela colocação de massas no topo do pistão, que por ação de a aceleração gravítica, criam uma força vertical descendente.

As massas são colocadas diretamente no topo do pistão, ou como é comum no tratamento de pressões elevadas, num suporte em forma de sino, que tem a função acrescida de baixar o centro de gravidade do conjunto, permitindo uma melhor leitura da Pressão.

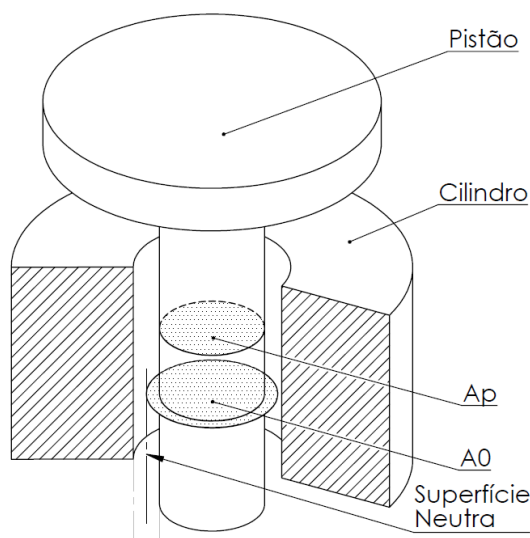


Figura 2.5 - Representação esquemática da Área Efetiva e Superfície Neutra.

Na figura 2.6 é representada a vista em corte de uma balança manométrica numa situação de funcionamento em Pressão relativa, com várias massas em forma de disco montadas no sino.

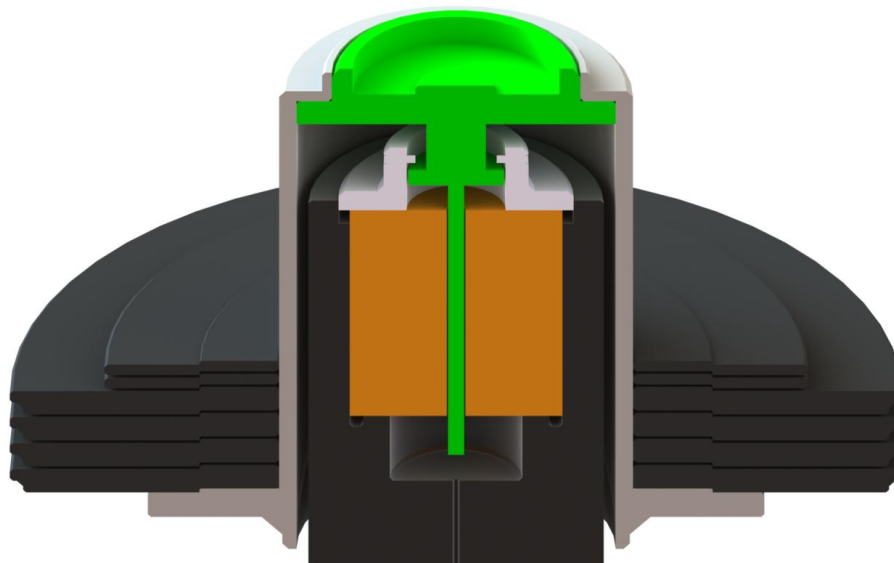


Figura 2.6 - Vista de corte de uma balança manométrica em situação de ensaio, com carregamento genérico de massas.

Quando as massas e o pistão estão expostos à Pressão atmosférica, a balança manométrica permite calcular a Pressão relativa, no entanto, se o conjunto de carregamento de massas for montado numa câmara de vácuo, é possível o cálculo de Pressão absoluta, representada na figura 2.7, onde o sistema é isolado da atmosfera por uma campânula de vidro.

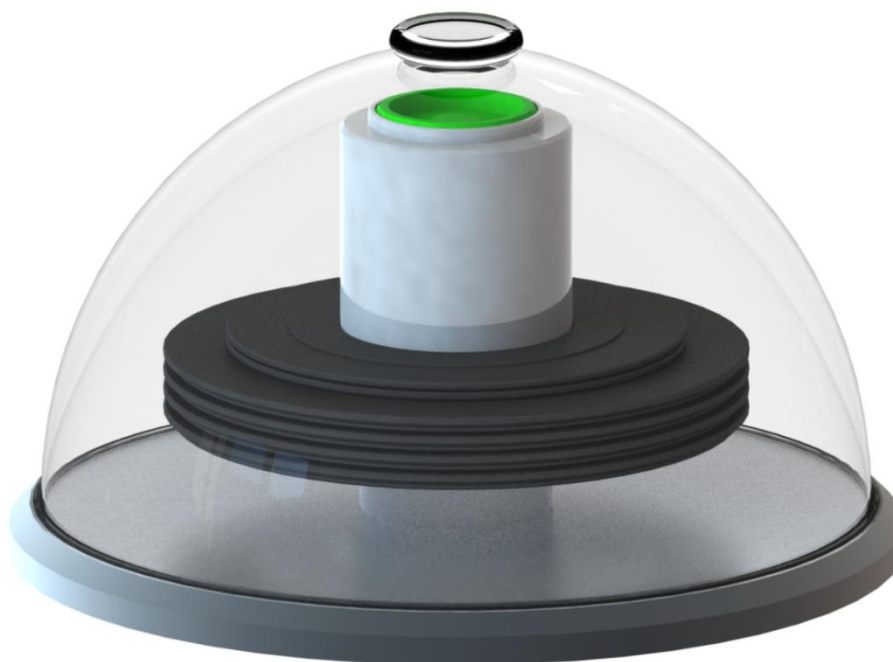


Figura 2.7 - Balança manométrica em modo de medição de Pressão absoluta.

Como referido anteriormente, a balança manométrica permite obter um valor calculável da Pressão a que o pistão se encontra submetido, este cálculo é adaptado da definição de Pressão apresentada anteriormente, traduzindo a expressão 2 na equação 3.

$$pressão = \frac{força}{área} \Rightarrow P = \frac{m \cdot g}{A} \quad (3)$$

Onde:

- m - Massa (Kg).
- g - Aceleração gravítica (m/s^2).

Um conceito demasiado simplificado cuja adaptação é necessária de modo a considerar outros fatores característicos ao funcionamento dos dispositivos, que poderão afetar direta ou indiretamente a calibração, como por exemplo, a variação da Área Efetiva devido a efeitos da temperatura ou Pressão, da diferença de altura entre a base do pistão, e o ponto de colocação das massas e fatores de correção hidrostáticos, assim a definição geral de Pressão obtida através de uma balança manométrica traduz-se na seguinte equação, para uma medição de Pressão relativa numa balança manométrica operada a gás[7].

$$p_e = \frac{\sum_i m_i \cdot g \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{m_i}}\right)}{A_p \cdot [1 + (\alpha_p + \alpha_c) \cdot (t - t_r)]} \quad (4)$$

Onde:

- p_e - Pressão Efetiva na base do pistão (Pa).
- m_i - Massa aplicada (Kg), incluindo elementos flutuantes, o pistão e o sino também é contabilizada como massas .
- g - Aceleração gravítica no laboratório onde se realizam os ensaios (m/s^2).
- ρ_a - Massa volúmica do ar (Kg/m^3).
- ρ_{m_i} - Massa volúmica de cada massa i (Kg/m^3).
- A_p - Área Efetiva do conjunto pistão-cilindro, a t_r e p_e (m^2).
- α_p - Coeficiente de expansão térmica linear do pistão.
- α_c - Coeficiente de expansão térmica linear do cilindro.
- t - Temperatura do conjunto pistão-cilindro ($^{\circ}C$).
- t_r - Temperatura de referência do conjunto pistão-cilindro ($20^{\circ}C$).

Caso se pretenda efetuar uma medição em Pressão absoluta numa balança operada a gás, o termo da flutuabilidade das massas é anulado e é adicionado o fator Pressão Residual (μ).

$$p_{abs} = \frac{\sum_i m_i \cdot g}{A_p \cdot [1 + (\alpha_p + \alpha_c) \cdot (t + t_r)]} + \mu \quad (5)$$

Onde:

- p_{abs} - Pressão obtida em modo absoluto (Pa).
 μ - Pressão residual (Pa).

Para o cálculo de Pressão relativa, numa balança operada a gás utilizando massas convencionais.

$$p_e = \frac{\sum_i m_{ci} \cdot g \cdot \left(1 - \frac{\rho_{0a}}{\rho_0} + \frac{\rho_{0a} - \rho_a}{\rho m_i}\right)}{A_p \cdot [1 + (\alpha_p + \alpha_c) \cdot (t + t_r)]} \quad (6)$$

Onde:

- m_{ci} - Massa individual de cada peso aplicado no pistão, incluindo elementos flutuantes (Kg).
 ρ_{0a} - Valor convencional da massa volúmica do ar, $\rho_{0a} = 1.2 \text{ (Kg/m}^3\text{)}$.
 ρ_0 - Valor da massa volúmica das massas convencionais, $\rho_0 = 8000 \text{ (Kg/m}^3\text{)}$.

O mesmo princípio é aplicado no cálculo de pressões em balanças manométricas que utilizem Óleo como elemento transmissor de Pressão, no entanto tem de ser considerado o efeito da força de tensão superficial.

$$p_e = \frac{\sum_i m_i \cdot g \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho m_i}\right) + \sigma \cdot c}{A_p \cdot [1 + (\alpha_p + \alpha_c) \cdot (t + t_r)]} \quad (7)$$

Onde:

- σ - Tensão superficial do óleo (dyn/cm).
 c - Perímetro do pistão (m).

Pressão relativa, óleo, massas convencionais.

$$p_e = \frac{\sum_i m_{ci} \cdot g \cdot \left(1 - \frac{\rho_{0a}}{\rho_0} + \frac{\rho_{0a} - \rho_a}{\rho m_i}\right) + \sigma \cdot c}{A_p \cdot [1 + (\alpha_p + \alpha_c) \cdot (t + t_r)]} \quad (8)$$

2.4 Comparação *Cross-Float*

Todos os instrumentos de medição necessitam de calibrações periódicas, e se de acordo com o Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM, Anexo A), calibração é definida como a operação que, em condições especificadas, num primeiro passo, estabelece a relação entre os valores da grandeza com incertezas de medição provenientes de padrões, e as indicações correspondentes com incertezas de medição associadas e, num segundo passo, usa esta informação para estabelecer uma relação para obter o resultado de medição de uma indicação [8]. Esta definição é perfeitamente adequada para a grande maioria dos instrumentos de medição, mas a interpretação requer alguma adaptação ao caso específico das balanças manométricas, pois estas mantêm uma Pressão calculável em vez de a medir diretamente, comparando áreas do conjunto pistão-cilindro ao invés de valores de Pressão.

O método mais comum de calibração de uma balança manométrica (teste), envolve a comparação com uma segunda balança manométrica padrão de referência nacional (referencia), num processo denominado por *cross-floating*, comparando em sistema fechado as Áreas Efetivas dos respectivos pistões, efetuando o cálculo da Área Efetiva á Pressão nula e temperatura padrão (A_0), e o respectivo coeficiente de distorção de Pressão (λ) do conjunto pistão-cilindro.

A balança a calibrar (teste), deverá ser colocada junto ao padrão (referencia), de modo a minimizar o comprimento das ligações entre as duas balanças, assim como a diferença de altura dos níveis de referência de cada elemento. A verticalidade dos pistões também deve ser verificada com recurso a um nível de bolha integrado no corpo das balanças.

Ainda que minimizada a diferença de altura entre as duas balanças, a contribuição da Pressão adicional gerada pela coluna de fluido entre as duas balanças tem de ser considerada [4]:

$$p_{\Delta h} = \rho_{seb} \cdot g \cdot \Delta h \quad (9)$$

Onde:

- $p_{\Delta h}$ - Pressão na base da coluna de fluido (Pa).
- ρ_{seb} - Massa volúmica do Óleo de Sebacate (Kg/m^3).
- Δh - Diferença de altura entre o nível de referência das duas balanças manométricas (m).

As ligações quando feita por tubos, é importante que sejam selecionados elementos de elevado diâmetro, particularmente importante para pressões reduzidas [9].

Com o circuito fechado, a Pressão é ajustada de modo a que a balança a calibrar se encontre em equilíbrio, de seguida, são colocadas massas de ajuste na balança de referência até que se encontrem as duas em equilíbrio, ou seja, quando não existir fluxo de fluido entre as duas balanças. Este equilíbrio é verificável quando ambas as balanças reproduzirem a sua velocidade de queda característica, conforme as suas respectivas especificações (figura 2.8).

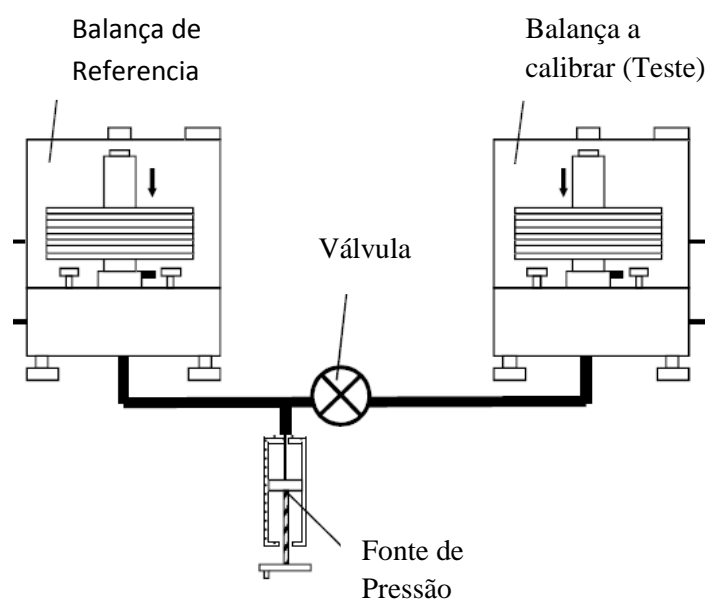


Figura 2.8 - Representação esquemática de uma comparação em *Cross-Float*.

3. Introdução às Técnicas de Medição

De acordo com o vocabulário internacional de metrologia (VIM), a exatidão de medição é definida como “ aproximação entre um valor medido e um valor verdadeiro de uma mensuranda.” [8]. O problema desta definição é o pressuposto que pode ser determinado o valor verdadeiro, e nem nos melhores laboratórios é possível realizar medições perfeitas de Pressão.

Sempre que é apresentado o resultado de uma medição de uma grandeza física, é necessária a apresentação de um indicador quantitativo que caracterize a dispersão dos valores de grandeza que são atribuídos à mensuranda.

A incerteza de medição é o parâmetro não-negativo que caracteriza a dispersão dos valores da grandeza que são atribuídos à mensuranda. É tipicamente apresentada como um intervalo de valores de Pressão onde é estimado que o valor da medição se encontre, com determinada confiança estatística [10].

A mensuranda, ou grandeza de saída Y , é dependente de determinado número de grandezas de entrada X_i .

$$Y = f(X_1, X_2, \dots, X_N) \quad (10)$$

Onde:

Y - Grandeza de saída ou mensuranda.
 X_i - Grandezas de entrada.

A estimativa da mensuranda Y é obtida recorrendo ao conjunto de melhor estimativa da grandeza de entrada x_i , Assim a estimativa da grandeza saída é representada.

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_N) \quad (11)$$

Onde:

y - Estimativa da grandeza de saída ou mensuranda.
 x_i - Estimativa das grandezas de entrada.

A incerteza-padrão associada à estimativa da grandeza de saída y , é designada por $u(y)$, calculada utilizando as estimativas x_i das grandezas X_i , e respectivas incertezas associadas $u(x_i)$.

Média Aritmética.

$$\bar{q} = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n q_j \quad (12)$$

Onde:

\bar{q} - Média aritmética de valores observados q_j .

Variância Experimental.

$$s^2(q) = \frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (q_j - \bar{q})^2 \quad (13)$$

Onde:

$s(q)$ - Variância experimental.
 n - Número de observações.

Variância experimental da Média.

$$s^2(\bar{q}) = \frac{s^2(q)}{n} \quad (14)$$

Onde:

$s(\bar{q})$ - Variância experimental da média.

Incerteza Experimental da Média.

$$u(\bar{q}) = s(\bar{q}) \quad (15)$$

A avaliação de Tipo B de Incerteza-Padrão é aquela que é obtida por meios para além dos de análise estatística das séries de observações das grandezas de entrada. Procedimentos para o cálculo da estimativa da incerteza de Tipo B são normalmente mais elaborados, exigindo elevado grau de atenção e conhecimento.

O GUM (*Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*)[11], é um documento produzido pelas principais entidades metrológicas, JCGM (*Joint Committee for Guides in Metrology*), de modo a criar uma homogeneidade nos procedimentos da estimativa de incertezas de medição, tendo sido adotado por diversos institutos de metrologia, entre eles, o EURAMET (*European Association of National Metrology Institutes*), tendo publicado em 2011 um guia para a calibração de balanças manométricas [7], cujo cálculo de incertezas é efetuado em conformidade com o GUM.

Utilizando duas balanças manométricas, comparando-as em *cross-floating*, quando em equilíbrio a Pressão é idêntica nas duas balanças manométricas. Assim para cada ponto de calibração (j), para a balança de referência é calculada a Pressão de referência (p_j), correspondente ao carregamento de massa total ($\sum_i m_i$). [7,9]

$$p_j = \frac{\sum_i m_{i_{ref}} \cdot g \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{m_i}}\right) + \sigma_{seb} \cdot c_{ref}}{A_{0_{ref}} \cdot [1 + (\alpha_p + \alpha_c) \cdot (t_{j_{ref}} + t_0)]} + \rho_{seb} \cdot g \cdot \Delta h \quad (16)$$

Onde:

p_j	-	Pressão de referência (Pa).
$m_{i_{ref}}$	-	Massas aplicadas na balança de referência (Kg).
σ_{seb}	-	Tensão superficial do óleo de Sebacate (dyn/cm).
c_{ref}	-	Perímetro do pistão (m).
$A_{0_{ref}}$	-	Área do pistão da balança de referência à Pressão nula (m ²).
$t_{j_{ref}}$	-	Temperatura do conjunto Pistão-Cilindro da balança de referência durante o ensaio (°C).

Assim, para cada ponto de Pressão, é possível calcular a Área Efetiva (A_{pj}) da balança manométrica a ser calibrada (teste), para cada ponto de calibração (j), com uma variante da mesma equação, resolvida em ordem à Área Efetiva aplicada na balança em calibração:

$$A_{pj} = \frac{\sum_i m_{ij} \cdot g \cdot \left(1 - \frac{\rho_{aj}}{\rho_{m_{ij}}}\right) + \sigma_{seb} \cdot c_t}{p_j \cdot [1 + (\alpha_p + \alpha_c) \cdot (t_j + t_r)]} \quad (17)$$

Onde:

A_{pj}	-	Área do pistão da balança em calibração no ponto j , (m ²).
m_{ij}	-	Massas aplicadas na balança de em calibração, no ponto j , (Kg).

A função que caracteriza a área ajustada da secção do pistão em função da Pressão é dada por:

$$A_p = A_0 \cdot (1 + \lambda \cdot p) \quad (18)$$

Onde:

- A_p - Área Efetiva ajustada do conjunto pistão-cilindro, a t_r e p_e (m^2).
- A_0 - Área Efetiva da balança de teste à Pressão nula e temperatura de referência (20°C) (m^2).
- λ - Coeficiente de distorção (bar^{-1}).

Permanecendo dois parâmetros por conhecer, a Área Efetiva à Pressão de referência (A_0), e o coeficiente de distorção (λ).

Existem vários modelos baseados em métodos de regressão linear, adaptados para o cálculo destes parâmetros, assim como da estimativa da incerteza dos mesmos, podendo os resultados variar de forma significativa consoante o método aplicado [7,12].

Neste estudo vão ser aplicados três métodos distintos:

O método dos mínimos quadrados ordinários (MQO), ou como será identificado neste trabalho, em conformidade com a literatura consultada, *Ordinary Least Squares* (OLS), adicionalmente será utilizada uma variante deste método em que é selecionado e excluído um ponto de medição, *Ordinary Least Squares first value excluded* (OLS-1).

Este modelo assume que a distribuição do erro é linear, procura calcular o melhor ajuste para um determinada amostra de dados, minimizando a diferenças entre os quadrados dos dados registados experimentalmente e os valores estimados.

Embora este modelo considere como linear a distribuição da incerteza da Área Efetiva, na prática esta incerteza varia significativamente com a variação da Pressão, sendo a dispersão mais acentuada quando em baixas pressões, diminuindo a heteroscedasticidade com o aumento da Pressão, é esta a razão pela qual é excluído um ponto na variante OLS-1

O método dos mínimos quadrados ponderados (MQP), ou *Weighted Least Squares* (WLS), contrariamente a OLS e OLS-1, considera as variações da confiança dos registos experimentais, de modo a otimizar o cálculo da Área Efetiva e respetiva incerteza.

Por ultimo, o método dos mínimos quadrados generalizados (MQG), ou *Generalized Least Squares* (GLS), assume a heteroscedasticidade do registo experimental, e procura estimar parâmetros desconhecidos no modelo de regressão linear.

4. Procedimentos Experimentais e Cálculos da Área Efetiva e Pressão de Referência.

4.1 Caracterização do Equipamento e Conjunto de Massas

Neste projeto, foi utilizada como balança manométrica de referência uma das balanças utilizadas para calibrações do laboratório de Massa (Laboratório Central de Metrologia- LCM).

A balança manométrica DH5304-A (figura 4.1)[13], de funcionamento a óleo, capaz de efetuar medições Pressão de 0.02 a 500bar, é rápida a atingir o equilíbrio e de fácil utilização. Todos os seus componentes foram projetados de raiz para a sua construção, resultando numa unidade relativamente compacta e com volume de fluido reduzido ao mínimo, têm incluindo no corpo uma bolha de nível de elevada precisão, que associada aos apoios reguláveis facilita o ajustamento da verticalidade do conjunto.



Figura 4.1 - DH5304 e respetivo conjunto de massas.

Na tabela 4.1 são apresentadas algumas das suas principais características e especificações com relevância para o estudo.

Tabela 4.1 - DH5304A Características e especificações, Referência.

Referencia		
Fabricante	DH-Budenberg	
Modelo	DH 5304 A	
Densidade do ar	1.2	kg/m^3
Densidade das massas	8000	kg/m^3
Aceleração da Gravidade	9.800662	ms^{-2}
Coeficiente de expansão térmica do Pistão/Cilindro	9.00E-06	$^{\circ}C^{-1}$
Coeficiente de distorção do Pistão/Cilindro	8.80E-08	bar^{-1}
Tensão superficial do Óleo	0.0311	N/m
Perímetro	0.011100543	m
Raio	0.001766706	m
Área Efetiva	9.8057E-06	m^2

A Pressão é gerada com recurso a uma bomba de alavanca e uma bomba de êmbolo para ajuste de precisão.

A rotação do pistão é acionada por correia, que liga a um motor elétrico com transmissão de polia oval, permitindo que o pistão rode livremente, transmitindo potencia apenas quando este perca aceleração [14].

Na figura (figura 4.2)[13] é representado o sino e o esquema de funcionamento do sistema de monitorização de movimento do pistão, em alavanca, quadruplica a amplitude do movimento do sino e das massas, com o indicador convenientemente colocado na face da balança.

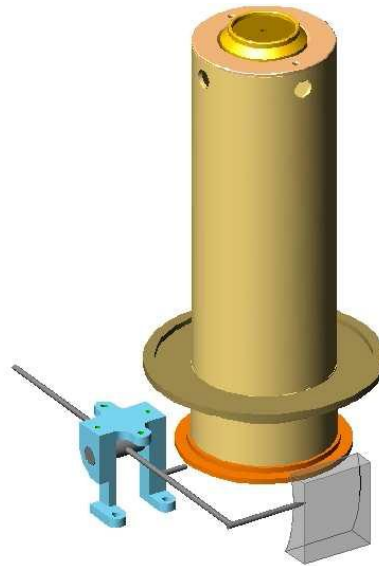


Figura 4.2 - Sistema de monitorização de posição do pistão com utilização do sino.

O Pistão e o Cilindro são fabricados em Carboneto de tungsténio e a sua temperatura é monitorizada utilizando uma sonda térmoresistencia de platina.

O conjunto de massas 3526 (tabela 4.2), utilizado na balança manométrica de referência, é composto por discos maquinados em Aço-inoxidável não-magnético 304L. O fabricante adotou o Kg como unidade de referência, facilitando as conversões de massa colocada em pressão nominal. No total são 100Kg distribuídos por 18 massas de 5Kg, 4Kg, 2Kg, 1Kg, e subdivisões do Kg até à centésima de grama para as massas de ajuste. Este escalonamento adotado pela DH veio-se a mostrar extremamente prático em laboratório e merece reconhecimento.

Rastreabilidade Metrológica do Pistão-Cilindro ao LNE (*Laboratoire National de Métrologie et déssais*).

O conjunto de massas e sino estão rastreados ao LMA-Massa (IPQ).

Tabela 4.2 - Especificações do conjunto de massas 3526, Referencia.

Conjunto de massas 3526			
Designação	Valor nominal		Valor convencional (Kg)
Sino	0.8	Kg	0.79999500
Pistão	0.2	Kg	0.2000029
massa 1	5.0	Kg	4.999992
massa 2	5.0	Kg	4.999991
massa 3	5.0	Kg	5.000001
massa 4	5.0	Kg	4.999994
massa 5	5.0	Kg	4.999981
massa 4Kg	4.0	Kg	3.999988
massa 2Kg	2.0	Kg	1.9999008
massa 2Kg.	2.0	Kg	1.9999943
massa 1Kg	1.0	Kg	1.0000047
m500g	500.0	g	0.4999979
m200g	200.0	g	0.1999978
m200g.	200.0	g	0.1999979
m100g	100.0	g	0.0999990
m50g	50.0	g	0.05000082
m20g	20.0	g	0.02000048
m20g.	20.0	g	0.02000081
m10g	10.0	g	0.01000030
m5g	5.0	g	0.005000795
m2g	2.0	g	0.002000199
m2g.	2.0	g	0.002000302
m1g	1.0	g	0.001000358
m200mg	200.0	mg	0.000200056
m200mg.	200.0	mg	0.000200012
m100mg	100.0	mg	0.000100041
m50mg	50.0	mg	0.000050045
m20mg	20.0	mg	0.000020011
m20mg.	20.0	mg	0.000020036
m10mg	10.0	mg	0.000010021

A balança manométrica utilizada em *cross-float* como balança em calibração, Teste, foi uma unidade da *Pressurements Limited*, modelo M1900/5, figura 4.3 [15].

É uma balança manométrica de elevada qualidade de fabrico e precisão de medição, de rastreabilidade metrológica certificada a laboratórios de referência internacional:

- *National Physical Laboratory* (NPL), Reino Unido.
- *National Institute of Standards and Technology* (NIST), Estados Unidos da América.

Utiliza Óleo de Sebacate como fluido transmissor de Pressão, capaz de medições de Pressão até 300bar.



Figura 4.3 - Balança manométrica M1900/5, Teste.

Na tabela 4.3 são apresentadas algumas das suas principais características e especificações com relevância para o estudo.

Tabela 4.3 - PressurementsM1900/5 Características e especificações, Teste.

Teste		
Fabricante	<i>Pressurements Limited</i>	
Modelo	M1900/5	
Densidade do ar	1.2	kg/m^3
Densidade das massas	8000	kg/m^3
Aceleração da Gravidade	9.800662	ms^{-2}
Coefficiente de expansão térmica do Pistão/Cilindro	3.12E-05	$^{\circ}C^{-1}$
Tensão superficial do Óleo	0.0283	N/m
Perímetro	0.010067163	m
Raio	0.001602239	m
Área Efetiva	8.0650E-06	m^2

As massas utilizadas no carregamento da balança a caibrar, *Pressurements* M1900/5, são discos maquinados de aço-inoxidável austenítico não-magnético (tabela 4.4).Infelizmente este conjunto de massas foi dimensionado segundo o sistema de unidades imperial, resultando em valores pouco convencionais de pressões para os ensaios uma vez feita a conversão.

O conjunto de massas e sino estão rastreados ao Laboratório de Metrologia da D.R.E. – Centro.

Tabela 4.4 - Especificações do conjunto de massas, Teste.

Designação	Valor convencional (Kg)
Pistão	0.411228
massa1	4.11189
massa2	4.11198
massa3	4.11188
massa4	4.11182
massa5	4.11182
massa6	2.05582
massa7	0.411188
massa8	0.411191
massa9	0.411176
massa10	0.411197
massa11	0.205604
massa12	0.04111838
massa13	0.04111795
massa14	0.04112022
massa15	0.04111874

4.2 Caracterização dos ensaios

Os pontos da escala de Pressão a calibrar são decididos de modo a que a Pressão mais elevada seja a máxima da balança de Teste, uma vez que tem a gama de medições mais limitada, os restantes pontos são espaçados em intervalos semelhantes, à exceção da gama inferior de pressões é mais propensa a erros associados à medição.

Na tabela 4.5 são referenciadas as massas utilizadas em cada ponto de medição de Pressão de modo a fazer corresponder à melhor aproximação da Pressão nominal estipulada para os ensaios.

Tabela 4.5 - Massas aplicadas na balança de Teste.

Pressão nominal (MPa)	Teste	Total nominal (Kg)
	Massas colocadas	
3.45	Pistão + massa6 + massa11 + massa12 + massa13 + massa14 + massa15	2.84
5.45	Pistão + massa6 + massa7 + massa8 + massa9 + massa10 + massa11 + massa12 + massa13 + massa14 + massa15	4.48
10.45	Pistão + massa1 + massa6 + massa7 + massa8 + massa9 + massa10 + massa11 + massa12 + massa13 + massa14 + massa15	8.60
20.45	Pistão + massa1 + massa2 + massa3 + massa6 + massa7 + massa8 + massa9 + massa10 + massa11 + massa12 + massa13 + massa14 + massa15	16.82
30.45	Pistão + massa1 + massa2 + massa3 + massa4 + massa5 + massa6 + massa7 + massa8 + massa9 + massa10 + massa11 + massa12 + massa13 + massa14 + massa15	25.04

As massas utilizadas na balança de teste foram escolhidas de modo a garantir uma Pressão equivalente aos pontos de medição escolhidos para a balança de teste, e são indicadas na tabela 4.6.

Tabela 4.6 - Massas aplicadas na balança de Referencia.

Pressão nominal (MPa)	Referencia	Total nominal (Kg)
	Massas colocadas	
3.45	Pistão + Sino + massa 2Kg + m200g + m200g. + m50g	3.45
5.45	Pistão + Sino + massa 4Kg + m200g + m200g. + m50g	5.45
10.45	Pistão + Sino + massa 1 + massa 4Kg + m200g + m200g. + m50g	10.45
20.45	Pistão + Sino + massa 1 + massa 2 + massa 3 + massa 4Kg + m200g + m200g. + m50g	20.45
30.45	Pistão + Sino + massa 1 + massa 2 + massa 3 + massa 4 + massa 5 + massa 4Kg + m200g + m200g. + m50g	30.45

Para cada ponto de medição, são colocadas as respectivas massas em cada balança, de acordo com as tabelas 4.5 e 4.6, é ajustada a Pressão até que a balança em calibração se encontre em equilíbrio, de seguida são colocadas massas de ajuste na balança de referência até que se encontrem ambas as balanças em equilíbrio[9], estas foram registadas e indicadas na tabela 4.7.

A lista completa de massas de ajuste utilizada em cada ponto de calibração nos vários ensaios encontra-se no Anexo B.

Tabela 4.7 - Massas de ajuste em gramas (g), aplicadas na balança de referencia.

Ciclo\Pressão	3.45	5.45	10.45	20.45	30.45
A↗	0.900168	1.300455	3.000408	5.100836	7.101035
B↘	1.000358	1.500458	3.500657	5.900963	7.501094
C↗	1.000358	1.400426	3.000557	5.400863	6.901321
D↘	1.200414	1.700514	3.200613	5.500904	6.651339
E↗	1.000358	1.700514	3.000557	5.200851	7.901162
F↘	1.000358	1.200414	3.000557	6.001153	7.701115
G↗	1.000358	1.400426	2.700355	4.500601	7.301091
H↘	1.000358	1.500458	3.500657	5.05084	7.301091

Dada a impossibilidade de colocar um sensor de temperatura num pistão flutuante, a temperatura do conjunto Pistão-Cilindro é obtida registando a temperatura de elementos circundantes com uma termoresistencia.

As temperaturas registadas são apresentadas na tabela 4.8 e tabela 4.9, Referencia e Teste respetivamente.

Tabela 4.8 - Temperaturas em graus celsius (°C) do conjunto Pistão-Cilindro, Referencia.

Ciclo\Pressão	3.45	5.45	10.45	20.45	30.45
A↗	19.00250	19.09994	19.18410	19.27047	19.37898
B↘	19.76876	19.68682	19.60045	19.52515	19.59380
C↗	20.01459	20.07660	20.20726	20.39107	20.46637
D↘	20.60146	20.56160	20.50845	20.42208	20.39993
E↗	19.76212	19.81084	19.85292	19.93043	20.09431
F↘	20.38886	20.32906	20.26262	20.20726	20.14968
G↗	20.70555	20.74763	20.80078	21.12633	21.21270
H↘	21.30350	21.27028	21.23485	21.20827	21.15955
Média	20.19342	20.19785	20.20643	20.26013	20.30692

Tabela 4.9 - Temperaturas em graus celsius (°C) do conjunto Pistão-Cilindro, Teste.

Ciclo\Pressão	3.45	5.45	10.45	20.45	30.45
A↗	19.00249668	19.09994066	19.18409683	19.27046764	19.3789848
B↘	19.76876074	19.68681921	19.6004484	19.52515078	19.59380449
C↗	20.01458533	20.07659514	20.20725867	20.39107345	20.46637108
D↘	20.60146387	20.56160043	20.50844916	20.42207836	20.399932
E↗	19.76211683	19.81083882	19.85291691	19.93042917	20.09431223
F↘	20.38885882	20.32906365	20.26262457	20.20725867	20.14967813
G↗	20.43235454	20.4817597	20.52336561	20.64038993	20.67940055
H↘	20.69240437	20.66899759	20.65859473	20.64819195	20.60918233
Média	20.08288015	20.0894519	20.09971936	20.12937999	20.1714582

Foi utilizada a equação 19 para a obtenção do valor corrigido da massa volúmica do óleo de Sebacate, tendo em conta a variação da Pressão e temperatura a que o fluido se encontra submetido em cada ponto de medição.

$$\rho_{Seb} = 914.58 \times [1 - 0.00078 \times (t - 20^{\circ}\text{C})] + 0.752097 \times p - 0.00164485 \times p^2 + 0.00000145625 \times p^3 \quad (19)$$

Os resultados obtidos foram apresentados na Tabela 4.10.

Tabela 4.10 - Massa volúmica corrigida, óleo Sebacate (Kg/m^3).

Ciclo\Pressão	3.45	5.45	10.45	20.45	30.45
A↗	918.16006	919.56438	923.13278	930.08857	936.71772
B↘	917.61333	919.14572	922.83600	929.90733	936.56462
C↗	917.43791	918.86750	922.40257	929.28890	935.94130
D↘	917.01927	918.52161	922.18776	929.26683	935.98856
E↗	917.61807	919.05736	922.65546	929.61756	936.20757
F↘	917.17084	918.68718	922.36306	929.42051	936.16791
G↗	916.94485	918.38863	921.97877	928.76345	935.40875
H↘	916.51816	918.01573	921.66956	928.70534	935.44669
Média	917.31031	918.78101	922.40324	929.38231	936.05539
Desvio padrão	0.505699055	0.484949111	0.470505527	0.492021233	0.469033051

4.3. Determinação da Área Efetiva

De modo a conhecer o valor da Pressão a que a balança em calibração se encontra submetida, é calculada a Pressão da balança de referência para cada ponto de medição utilizando a expressão do cálculo de Pressão de referencia, equação (16), já considerando as correções de diferença de cota e massa volúmica (tabela 4.10).[7]

Os resultados obtidos são apresentados na tabela 4.11.

Tabela 4.11 - Pressão de Referencia em pascal (Pa).

Ciclo\Pressão	3.45	5.45	10.45	20.45	30.45
A↗	3449529	5448716	10447157	20442733	30438148
B↘	3449581	5448858	10447578	20443439	30438430
C↗	3449565	5448719	10446964	20442620	30437352
D↘	3449728	5448971	10447107	20442708	30437139
E↗	3449581	5449046	10447031	20442590	30438556
F↘	3449542	5448495	10446954	20443287	30438325
G↗	3449522	5448653	10446552	20441449	30437342
H↘	3449484	5448702	10447270	20441969	30437372
Média	3449566	5448770	10447077	20442599	30437833
Desvio padrão	73.08	178.84	293.15	646.88	583.98
Histerese	81.53	275.47	358.91	352.85	140.97

Neste processo, conhecendo agora a Pressão a que estão submetidas as duas balanças, podemos conhecer a Área Efetiva da balança em teste para cada ponto de medição (A_{pj}), ajustando a equação utilizada anteriormente para o cálculo da Pressão (equação 16 e 17).

Os resultados obtidos para cada ponto e medição, vão permitir que seja criada uma função da Área Efetiva em função da Pressão.

Os resultados obtidos são apresentados na tabela 4.12, onde foram incluídos os valores da Área Efetiva da secção do pistão da balança em teste, para cada carregamento nos diversos ciclos. A média aritmética dos valores obtidos para cada ponto de medição, assim como o seu desvio padrão experimental.

Tabela 4.12 - Área Efetiva da balança em calibração (m^2).

	3.45	5.45	10.45	20.45	30.45
A↗	8.0601061E-06	8.0608977E-06	8.0611943E-06	8.0618848E-06	8.0620539E-06
B↘	8.0595992E-06	8.0603926E-06	8.0606597E-06	8.0614784E-06	8.0618711E-06
C↗	8.0595117E-06	8.0604014E-06	8.0608285E-06	8.0613658E-06	8.0617177E-06
D↘	8.0588356E-06	8.0597847E-06	8.0605666E-06	8.0613153E-06	8.0618077E-06
E↗	8.0596016E-06	8.0600526E-06	8.0609551E-06	8.0616094E-06	8.0615862E-06
F↘	8.0593783E-06	8.0606070E-06	8.0608087E-06	8.0611950E-06	8.0616193E-06
G↗	8.0594029E-06	8.0602957E-06	8.0609874E-06	8.0617021E-06	8.0616132E-06
H↘	8.0593599E-06	8.0601300E-06	8.0603655E-06	8.0614932E-06	8.0616408E-06
Média	8.0594744E-06	8.0603202E-06	8.0607957E-06	8.0615055E-06	8.0617387E-06
Desvio padrão	3.52093E-10	3.4283E-10	2.6139E-10	2.22431E-10	1.62538E-10

É interessante observar como varia a dispersão do cálculo da Área Efetiva, e como esta (dispersão) diminui com o aumento da Pressão a que é efetuada a medição. Como é facilmente verificado no gráfico (figura 4.4), assim como a evidente discrepância do primeiro ponto de medição, referente ao extremo mínimo (3MPa) da gama de pressões deste ensaio e o efeito acentuado de heteroscedasticidade decrescente [16].

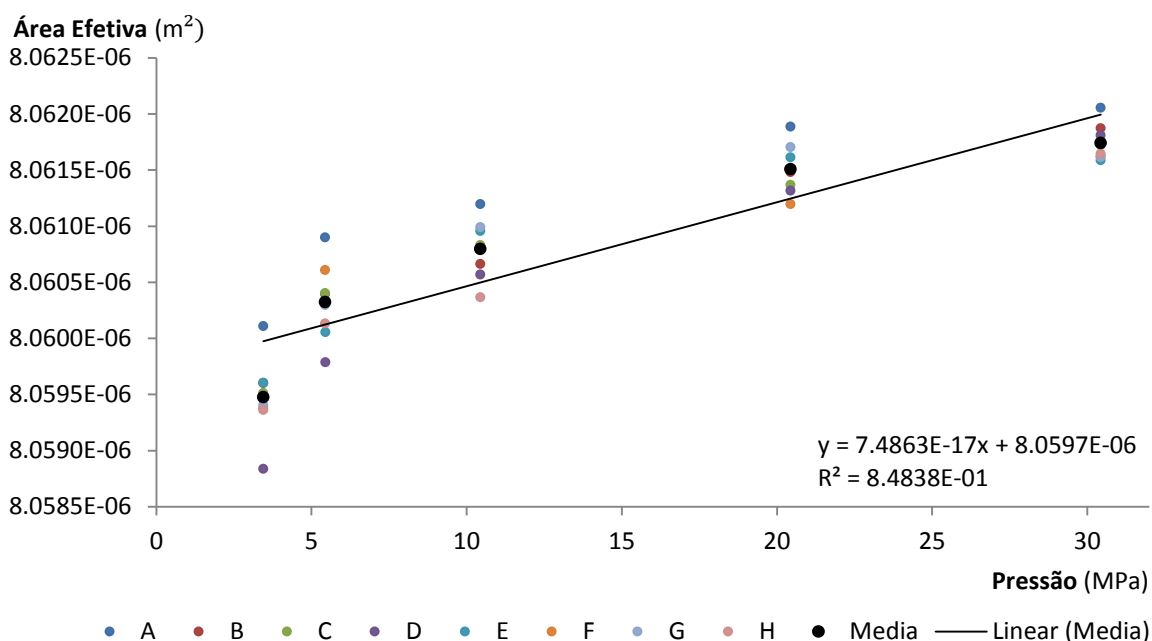


Figura 4.4 - Dispersão da Área Efetiva experimental em função da Pressão de Referência.

Pontos de medição na gama inferior de pressões são normalmente os de menor reprodutibilidade, alguns laboratórios chegam até a excluir este ponto dos cálculos da equação da Área Efetiva ajustada. Uma opção que será também explorada neste estudo no capítulo 5.2.

5. Métodos dos Mínimos Quadrados

Neste capítulo vão ser aplicados os métodos estatísticos referenciados no capítulo 3, de modo a obter os parâmetros necessários para a construção da equação do cálculo da Área Efetiva ajustada (equação 18).

5.1 Mínimos Quadrados Ordinários (*Ordinary Least Squares – OLS*)

Assume que todos os registos de medições efetuadas em qualquer ponto têm o mesmo valor de incerteza de todos os A_{pj} .

A Área Efetiva ($A_p(p)$), é função linear da Pressão (o desvio dos valores calculados de Área Efetiva da regressão linear (A_{pj} , p_j) São comparáveis ao desvio padrão de $A_{pj}(p)$ calculado em cada ponto de Pressão referência nominal [7].

Registando os valores de a Área Efetiva à Pressão zero (A_0).

$$A_0 = \frac{\sum p_j^2 \cdot \sum A_{pj} - \sum p_j \cdot \sum (p_j \cdot A_{pj})}{N \cdot \sum p_j^2 - (\sum p_j)^2} \quad (20)$$

$$A_0 = 8.059715E - 06 \quad (m^2)$$

$$\theta_1 = \frac{N \cdot \sum (p_j \cdot A_{pj}) - \sum p_j \cdot \sum A_{pj}}{N \cdot \sum p_j^2 - (\sum p_j)^2} \quad (21)$$

$$\theta_1 = 7.486271E - 17 \quad (m^2 \cdot Pa^{-1})$$

Onde:

$$\theta_1 \quad - \quad \text{Declive da regressão linear}(m^2 \cdot Pa^{-1}).$$

Conhecendo os dois últimos elementos permite o cálculo do coeficiente de distorção de primeira ordem, do conjunto pistão-cilindro, λ .

$$\lambda = \frac{\theta_1}{A_0} \quad (22)$$

$$\lambda = 9.288505E - 12 \quad (Pa^{-1})$$

As incertezas do Tipo A, são calculadas com o auxílio do GUM à semelhança do exemplo H3.1[11], referente a medições de temperatura com um intervalo de medições semelhante, adaptadas neste caso de modo a calcular as incertezas de A_0 , λ e A_p . Correspondentes ao desvio da distribuição de A_{pj} da função $A_p(p)$. Que é calculado utilizando variância e covariância de A_0 , θ_1 , $V(A_0)$, $V(\theta_1)$, $cov(A_0, \theta_1)$.

$$u_A(A_0) = \sqrt{N \cdot V(A_0)} \quad (23)$$

$$u_A(A_0) = 7.065125E - 10 \quad (m^2)$$

$$u_A(\lambda) = \frac{\sqrt{N \cdot V(\theta_1)}}{A_0} \quad (24)$$

$$u_A(\lambda) = 5.069337E - 12 \quad (Pa^{-1})$$

$$V(A_0) = \frac{\sum p_j^2}{N \cdot \sum p_j^2 - (\sum p_j)^2} \cdot \frac{\sum (A_{pj} - A_0 - \theta_1 \cdot p_j)^2}{N - 2} \quad (25)$$

$$V(A_0) = 9.983197E - 20 \quad (m^4)$$

$$V(\theta_1) = \frac{N}{N \cdot \sum p_j^2 - (\sum p_j)^2} \cdot \frac{\sum (A_{pj} - A_0 - \theta_1 \cdot p_j)^2}{N - 2} \quad (26)$$

$$V(\theta_1) = 3.338657E - 34 \quad (m^4 \cdot Pa^{-2})$$

$$cov(A_0, \theta_1) = \frac{-\sum p_j}{N \cdot \sum p_j^2 - (\sum p_j)^2} \cdot \frac{\sum (A_{pj} - A_0 - \theta_1 \cdot p_j)^2}{N - 2} \quad (27)$$

$$cov(A_0, \theta_1) = -4.689201E - 27$$

Onde:

$u_A(A_0)$	-	Incerteza de Tipo A da Área Efetiva à Pressão nula.
$u_A(\lambda)$	-	Incerteza de Tipo A do Coeficiente de distorção.
$V(A_0)$	-	Variância da Área Efetiva à Pressão nula.
$V(\theta_1)$	-	Variância do declive da regressão linear.
$cov(A_0, \theta_1)$	-	Covariância de A_0 e θ_1 .

A incerteza de Tipo A associada a cada ponto:

$$u_A(A_p) = \sqrt{N} \cdot \sqrt{V(A_0) + V(\theta_1) \cdot p^2 + 2 \cdot cov(A_0, \theta_1) \cdot p} \quad (28)$$

Os resultados obtidos nas equações anteriores são apresentados na tabela 5.1 de forma mais resumida.

Tabela 5.1- Resumo dos resultados OLS.

A_0	$8.059715E - 06$	m^2
θ_1	$7.486271E - 17$	$m^2 \cdot Pa^{-1}$
λ	$9.288505E - 12$	Pa^{-1}
$V(A_0)$	$1.8812287E - 20$	m^4
$V(\theta_1)$	$3.338657E - 34$	$m^4 \cdot Pa^{-2}$
$cov(A_0, \theta_1)$	$-4.689201E - 27$	-
$u_A(A_0)$	$7.065125E - 10$	m^2
$u_A(\lambda)$	$5.069337E - 12$	Pa^{-1}

5.2 Mínimos Quadrados Ordinários com exclusão, (OLS-1)

É uma variante do método dos Mínimos Quadrados Ordinários descrito no capítulo (5.1), idêntico em todo o seu processo de resolução, diferindo apenas na exclusão de um ponto de medição, utilizando como critério de seleção o ponto de medição cujo resultado médio das Áreas Efetivas calculadas no capítulo 4 e apresentadas na tabela 4.12, mais diste da regressão linear calculada [12].

Habitualmente é o primeiro ponto de medição, correspondente à Pressão mais baixa do intervalo de medição, o que se verifica neste caso, como é visível no gráfico da figura 4.4.

Foram utilizadas as mesmas equações do capítulo 5.1 (20 - 27) e os resultados obtidos foram apresentados na tabela 5.2.

Tabela 5.1 - Resumo dos resultados OLS-1.

A_0	$8.06013992E - 06$	m^2
θ_1	$5.69138117E - 17$	$m^2 \cdot Pa^{-1}$
λ	$7.06114438E - 12$	Pa^{-1}
$V(A_0)$	$9.983197E - 20$	m^4
$V(\theta_1)$	$1.075776E - 34$	$m^4 \cdot Pa^{-2}$
$cov(A_0, \theta_1)$	$-1.795908E - 27$	-
$u_A(A_0)$	$3.99447373E - 10$	m^2
$u_A(\lambda)$	$2.57364284E - 12$	Pa^{-1}

5.3 Mínimos Quadrados Ponderados (*Weighted Least Squares* - WLS)

Contrariamente a OLS, o método WLS considera que a Área Efetiva $A_p(p_r)$ não é função linear da Pressão, e o valor de incertezas de A_{pj} varia significativamente com o valor da Pressão aplicada. Implicando a variação do coeficiente de distorção (λ) com a Pressão. Sendo este desvio particularmente elevado quando efetuando medições em baixas pressões [7].

Este método, WLS, considera as variações da confiança dos registos experimentais de modo a otimizar o cálculo da Área Efetiva e respetiva incerteza.

Neste processo, para cada ponto de medição de A_{pj} pesos adicional (g_j), cujo valor é calculado em função da incerteza de A_{pj} , são colocados, assim adicionando uma fonte de incertezas calculável, que será agora responsável por desvios das equações modelos [11,16,17].

$$g_j = \frac{1}{\sum_i u_i^2(A_{pj})} \quad (29)$$

Onde:

- g_j - Valor da ponderação.
- u_i - Desvio padrão experimental do cálculo da Área Efetiva para cada ponto.

$$u_i(A_{pj}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (A_{p,i} - \bar{A}_p)^2}{n \cdot (n-1)}} \quad (30)$$

Assumindo que a Área Efetiva $A_p(p_r)$ é função linear da Pressão.

$$A_0 = \frac{\sum(g_j \cdot p_j^2) \cdot \sum(g_j \cdot A_{pj}) - \sum(g_j \cdot p_j) \cdot \sum(g_j \cdot p_j \cdot A_{pj})}{\sum g_j \cdot \sum(g_j \cdot p_j^2) - (\sum g_j \cdot p_j)^2} \quad (31)$$

$$A_0 = 8.0598957E - 06$$

$$\theta_1 = \frac{\sum g_j \cdot \sum(g_j \cdot p_j \cdot A_{pj}) - \sum(g_j \cdot p_j) \cdot \sum(g_j \cdot A_{pj})}{\sum g_j \cdot \sum(g_j \cdot p_j^2) - (\sum g_j \cdot p_j)^2} \quad (32)$$

$$\theta_1 = 6.4540806E - 17$$

Cálculo da variância e co-variância.

$$V(A_0) = \frac{\sum(g_j \cdot p_j^2)}{\sum g_j \cdot \sum(g_j \cdot p_j^2) - (\sum g_j \cdot p_j)^2} \quad (33)$$

$$V(A_0) = 1.8812287E - 20$$

$$V(\theta_1) = \frac{\Sigma g_j}{\Sigma g_j \cdot \Sigma (g_j \cdot p_j^2) - (\Sigma g_j \cdot p_j)^2} \quad (34)$$

$$V(\theta_1) = 3.6942887E - 35$$

$$cov(A_0, \theta_1) = \frac{-\Sigma (g_j \cdot p_j)}{\Sigma g_j \cdot \Sigma (g_j \cdot p_j^2) - (\Sigma g_j \cdot p_j)^2} \quad (35)$$

$$cov(A_0, \theta_1) = -7.4171871E - 28$$

Uma vez calculados os valores de Variância e Covariância dos parâmetros acima referidos, são utilizadas as equações 23 e 24 de modo a calcular as incertezas de Tipo A de A_0 e de θ_1 respetivamente.

Os resultados obtidos são apresentados na tabela 5.3.

Tabela 5.2 - Resumo dos resultados WLS.

A_0	$8.0598957E - 06$	m^2
θ_1	$6.4540806E - 17$	$m^2 \cdot Pa^{-1}$
λ	$8.0076478E - 12$	Pa^{-1}
$V(A_0)$	$1.8812287E - 20$	m^4
$V(\theta_1)$	$3.6942887E - 35$	$m^4 \cdot Pa^{-2}$
$cov(A_0, \theta_1)$	$-7.4171871E - 28$	-
$u_A(A_0)$	$3.0669437E - 10$	m^2
$u_A(\lambda)$	$1.6862462E - 12$	Pa^{-1}

5.4 - Mínimos Quadrados Generalizados (*Generalized Least Squares - GLS*)

- Técnica de cálculo de o parâmetro desconhecido numa regressão linear [18].
- Aplicado quando se verifica uma distribuição desigual da variância dos valores obtidos experimentalmente (Heteroscedasticidade).

Este modelo especifica a equação (da Pressão) como relação entre as múltiplas variáveis de entrada $X = (M_i, A_0, \lambda, \Delta t_i, \rho_{ar}, \rho_m, \rho_f, \Delta h, g)^T$, o vetor Pressão calculada $Y = p = (p_1, \dots, p_5)^T$.

A matriz de covariância U_y , de dimensão 5×5 , relativa à Pressão calculada Y .

$$C_Y U_Y C_Y^T = C_X U_X C_X^T \quad (36)$$

Onde:

C_Y é a matriz de sensibilidade, de dimensão 5×5 contendo as derivadas parciais $\frac{\partial h_l}{\partial p_j}$
Com $l = 1 \rightarrow 5, j = 1 \rightarrow 5$

C_X é a matriz de dimensão 5×9 contendo as derivadas parciais $\frac{\partial h_l}{\partial X_i}$
Com $l = 1 \rightarrow 5, i = 1 \rightarrow 9$

U_X é a matriz de covariância de dimensão 9×9 associada às grandezas de entrada $X = x$, e pode ser utilizada de modo a obter a matriz U_y a partir da relação:

$$U_p = U_Y = C \cdot U_X \cdot C^T \quad (37)$$

Onde $C = C_Y^{-1} C_X$, resultando:

$$U_p = (C_Y^{-1} \cdot C_X) \cdot U_X \cdot (C_Y^{-1} \cdot C_X)^T \quad (38)$$

A incerteza associada ao cálculo da Área Efetiva pode ser obtida utilizando o mesmo sistema de cálculo matricial.

$Z = (M_i, A_0, \lambda, \Delta t_i, \rho_{ar}, \rho_m, \rho_f, \Delta h, g)^T$, e a grandeza devolvida $Y = A_e = (A_{e_1}, \dots, A_{e_5})^T$.

U_{A_e} é a matriz de covariância de A_e .

$$U_{A_e} = C \cdot U_X \cdot C^T \quad (39)$$

Onde $C = C_Y^{-1} C_X$, Resultando:

$$U_{A_e} = (C_Y^{-1} \cdot C_X) \cdot U_X \cdot (C_Y^{-1} \cdot C_X)^T \quad (40)$$

De modo a obter-se a incerteza combinada associada ao cálculo da Área Efetiva é necessário considerar-se as incertezas de Tipo A, como tal deve ser adicionada uma matriz diagonal composta pelo desvio padrão de cada série de medições efetuadas.

$$Y = X \cdot \beta + \varepsilon \quad (41)$$

$$\hat{\beta} = (X' \cdot \Omega^{-1} \cdot X)^{-1} \cdot X^{-1} \cdot \Omega^{-1} \cdot Y \quad (42)$$

Com a matriz de variância condicional de Y dado X .

$$\Omega = Var[\varepsilon|X]$$

$$\text{Vetor Resposta } A_p: \quad Y = \begin{bmatrix} A_{p1} \\ A_{p2} \\ A_{p3} \\ A_{p4} \\ A_{p5} \\ A_{p6} \\ A_{p7} \\ A_{p8} \\ A_{p9} \\ A_{p10} \end{bmatrix} \quad (43)$$

$$\text{Matriz P:} \quad X = \begin{bmatrix} 1 & P_1 \\ 1 & P_2 \\ 1 & P_3 \\ 1 & P_4 \\ 1 & P_5 \\ 1 & P_6 \\ 1 & P_7 \\ 1 & P_8 \\ 1 & P_9 \\ 1 & P_{10} \end{bmatrix} \quad X^T = \begin{bmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 & 1 \\ P_1 & P_2 & P_3 & P_4 & P_5 & P_6 & P_7 & P_8 & P_9 & P_{10} \end{bmatrix} \quad (44)$$

Se considerarmos b como uma estimativa de β tal que:

$$b = \theta_1 = (X' \cdot V^{-1} \cdot X)^{-1} \cdot X^{-1} \cdot V^{-1} \cdot Y = \begin{bmatrix} A_0 \\ b \end{bmatrix} = coef \quad (45)$$

$$V_{coef} = \begin{bmatrix} u_{A_0}^2 & cov(A_0, b) \\ cov(A_0, b) & u_b^2 \end{bmatrix} = (X' \cdot V^{-1} \cdot X)^{-1} \quad (46)$$

A dificuldade deste método reside na obtenção e resolução da matriz V [19].

$$V = \begin{bmatrix} u_{A_{p_1}}^2 & u(A_{p_1}, A_{p_2}) & \cdots & u(A_{p_1}, A_{p_j}) & \cdots & u(A_{p_1}, A_{p_N}) \\ u(A_{p_1}, A_{p_2}) & u_{A_{p_2}}^2 & \cdots & u(A_{p_2}, A_{p_j}) & \cdots & u(A_{p_2}, A_{p_N}) \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots & \ddots & \vdots \\ u(A_{p_1}, A_{p_j}) & u(A_{p_2}, A_{p_j}) & \cdots & u_{A_{p_j}}^2 & \cdots & u(A_{p_j}, A_{p_N}) \\ \vdots & \vdots & \ddots & \vdots & \ddots & \vdots \\ u(A_{p_1}, A_{p_N}) & u(A_{p_2}, A_{p_N}) & \cdots & u(A_{p_j}, A_{p_N}) & \cdots & u_{A_{p_N}}^2 \end{bmatrix} \quad (47)$$

Cujas covariância entre cada Área Efetiva a Pressão p_i e Área Efetiva a Pressão p_j :

$$u(A_{p_i}, A_{p_j}) = u_B(A_{p_i}) \cdot u_B(A_{p_j}) \quad , \quad \exists \quad i \neq j \quad (48)$$

Os resultados obtidos utilizando o método dos mínimos quadrados generalizados GLS, foram resumidos na tabela 5.4.

Tabela 5.3 - Resumo dos resultados GLS.

A_0	$8.05986563E - 06$	m^2
θ_1	$6.61588423E - 17$	$m^2 \cdot Pa^{-1}$
λ	$8.2084299301E - 12$	Pa^{-1}
$V(A_0)$	$6.45344E - 20$	m^4
$V(\theta_1)$	$1.35333E - 34$	$m^4 \cdot Pa^{-2}$
$cov(A_0, \theta_1)$	$-2.60016E - 27$	-
$u_A(A_0)$	$2.54036308E - 10$	m^2
$u_A(\lambda)$	$1.4433567E - 12$	Pa^{-1}

6. Estimativa de Incertezas

De modo a proceder à estimativa da incerteza associada ao cálculo da Área Efetiva do pistão, é primeiro necessário a identificação de todos os fatores que possam influenciar direta ou indiretamente o processo de medição da Pressão, sejam estas propriedades intrínsecas das balanças manométricas, como a repetibilidade ou deriva instrumental. Ou propriedades do sistema ou ambiente em se insere, como por exemplo temperatura, aceleração gravitacional, composição do fluido transmissor de Pressão, verticalidade do conjunto [4].

Outro fator a considerar visto tratar-se de uma comparação, são os erros provenientes da balança de referência [21].

Visto tratarem-se de duas balanças manométricas, as fontes de incerteza serão idênticas, mas cuja abordagem pode variar. Neste capítulo vão ser listadas as possíveis fontes de incerteza (Tipo A e Tipo B) e a sua respetiva abordagem para as duas balanças[9].

6.1 Estimativa da incerteza da Área Efetiva

6.1.1 Incertezas de Tipo A

As incertezas de Tipo A são calculadas conforme indicado no capítulo 5.

6.1.2 Incertezas de Tipo B

1-Pressão de Referencia

A incerteza do cálculo da Pressão é calculada com base nos dados do certificado de calibração da balança manométrica geradora de Pressão (Referencia), tendo em conta as condições ambientais do laboratório.

$$\frac{u_1(A_p)}{A_p} = \frac{u_{p_r}(A_p)}{A_p} = \frac{1}{p_r + (\rho_f - \rho_a) \cdot g \cdot \Delta h} \cdot \frac{U(p_r)}{k} \approx \frac{U(p_r)}{k \cdot p} \quad (49)$$

2-Massa

Para o cálculo do carregamento total aplicado no Pistão, é utilizado o valor das massas conforme indicado no respetivo certificado de calibração. O cálculo da incerteza da carga total aplicada é a soma aritmética da incerteza associada a cada massa em utilização.

Foi aplicado fator de expansão $k = 2$.

$$\frac{u_2(A_p)}{A_p} = \frac{u_{\sum_i m_i}(A_p)}{A_p} = \frac{g \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{m_i}}\right)}{\sum_i m_i \cdot g \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{m_i}}\right) + \sigma \cdot c} \cdot \frac{\sum_i U(m_i)}{k} \approx \frac{\sum_i U(m_i)}{k \cdot \sum_i m_i} \quad (50)$$

3-Temperatura conjunta pistão-cilindro

A temperatura do conjunto Pistão-Cilindro é obtida com recurso a uma sonda térmica, o valor da incerteza associada à medição da temperatura é o indicado conforme apresentado no certificado de calibração do instrumento, assumindo que o gradiente térmico da balança manométrica seja de aproximadamente 0.5°C, com uma distribuição de probabilidade retangular.

$$\frac{u_3(A_p)}{A_p} = \frac{u_t(A_p)}{A_p} = \frac{(\alpha_p + \alpha_c)}{1 + (\alpha_p + \alpha_c) \cdot (t - t_r)} \cdot \frac{U(t)}{\sqrt{3}} \approx (\alpha_p + \alpha_c) \cdot \frac{U(t)}{\sqrt{3}} \quad (51)$$

4-Coeficiente de expansão térmica

O coeficiente de expansão térmica influencia o cálculo da incerteza da Área Efetiva quando o valor da temperatura do conjunto Pistão-Cilindro se desvia da temperatura de referência. $|t - t_r|$.

$$\frac{u_4(A_p)}{A_p} = \frac{u_{\alpha_p + \alpha_c}(A_p)}{A_p} = \frac{|t - t_r| \cdot (\alpha_p + \alpha_c)}{1 + (\alpha_p + \alpha_c) \cdot (t - t_r)} \cdot \frac{U_{rel}(\alpha_p + \alpha_c)}{k} \approx |t - t_r| \cdot (\alpha_p + \alpha_c) \cdot \frac{U_{rel}(\alpha_p + \alpha_c)}{k} \quad (52)$$

Foi aplicado fator de expansão $k = 2$.

5- Aceleração gravítica local

Sendo que ambas as balanças manométricas em comparação são afetadas pela mesma aceleração gravitacional, não teria influência no cálculo da Área Efetiva. No entanto como foi considerada a contribuição no cálculo da incerteza da Pressão de referência, a sua ação deve ser compensada, como tal deve ser subtraída à incerteza combinada da Área Efetiva.

$$\frac{u_5(A_p)}{A_p} = \frac{u_g(A_p)}{A_p} = \frac{\sum_i m_i \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{m_i}}\right)}{\sum_i m_i \cdot g \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{m_i}}\right) + \sigma \cdot c} \cdot \frac{U(g)}{k} \approx \frac{U(g)}{k \cdot g} \quad (53)$$

Fator de expansão utilizado (idêntico ao utilizado na contribuição do erro da aceleração gravitacional), $k = 3$.

6- Flutuabilidade – Massa volúmica do Ar

Como neste caso, não são registados valores de Pressão atmosférica, temperatura ambiente e humidade em cada ponto, é utilizado o valor convencional da densidade do ar. Tendo sido verificado que a variação máxima da densidade do ar é inferior a 5%.

$$\rho_{a_0} = 1.2 \text{ Kg} \cdot \text{m}^{-3} \quad U(\rho_{ar}) = 5 \times 10^{-2} \cdot \rho_{ar} \quad K = 3$$

$$\frac{u_6(A_p)}{A_p} = \frac{u_{\rho_a}(A_p)}{A_p} = \frac{\sum_i m_i \cdot \frac{g}{\rho_{m_i}}}{\sum_i m_i \cdot g \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{m_i}}\right) + \sigma \cdot c} \cdot \frac{U(\rho_a)}{k} \approx \frac{\sum_i \frac{m_i}{\rho_{m_i}}}{\sum_i m_i} \cdot \frac{U(\rho_a)}{k} \quad (54)$$

Sendo a massa volúmica de todas as massas idêntica, a expressão pode ser simplificada.

$$\frac{u_6(p)}{p} \approx \frac{1}{\rho_{m_i}} \cdot \frac{U(\rho_{ar})}{3} \quad (55)$$

7- Flutuabilidade – Massa volúmica do conjunto de massas

O conjunto de massas é calibrado exposto à Pressão atmosférica, e a incerteza do certificado de calibração já considera a incerteza da densidade das massas. Assim a contribuição da incerteza proveniente do efeito de flutuabilidade das massas é idêntico para todo o conjunto de massas principais, e diretamente dependente da variação da densidade do ar.

$$\frac{u_7(A_p)}{A_p} = \frac{u_{\rho_{m_i}}(A_p)}{A_p} = \frac{\Delta \rho_a \cdot \sum_i m_i \cdot \frac{g}{\rho_{m_i}^2}}{\sum_i m_i \cdot g \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{m_i}}\right) + \sigma \cdot c} \cdot \frac{U(\rho_{m_i})}{k} \approx \frac{\Delta \rho_a}{\rho_{m_i}^2} \cdot \frac{U(\rho_{m_i})}{k} \quad (56)$$

Foi aplicado fator de expansão $k = 2$.

8- Coluna de Pressão Hidrostática – Diferença de altura

A correção da Pressão hidrostática depende de três parâmetros (equação 9), no entanto as seguintes aproximações podem ser feitas.

$$\frac{u_8(A_p)}{A_p} = \frac{u_{\Delta h}(A_p)}{A_p} = \frac{(\rho_f - \rho_a) \cdot g}{p_r + (\rho_f - \rho_a) \cdot g \cdot \Delta h} \cdot \frac{U(\Delta h)}{k} \approx \frac{\rho_f \cdot g}{p} \cdot \frac{U(\Delta h)}{k} \quad (57)$$

Foi aplicado fator de expansão $k = 2$.

9- Pressão Hidrostática – Massa Volúmica do fluido transmissor de Pressão

A massa volúmica do fluido transmissor de Pressão (Óleo de Sebacate) vai contribuir para o cálculo das incertezas uma vez que existe diferença de altura embora que ligeira entre o nível de referencia dos dois pistões.

$$\frac{u_9(A_p)}{A_p} = \frac{u_{\rho_f}(A_p)}{A_p} = \frac{g \cdot \Delta h}{p_r + (\rho_f - \rho_a) \cdot g \cdot \Delta h} \cdot \frac{U_{rel}(\rho_f) \cdot \rho_f}{k} \approx \frac{g \cdot \Delta h}{p} \cdot \frac{U_{rel}(\rho_f) \cdot \rho_f}{k} \quad (58)$$

Foi aplicado fator de expansão $k = 2$.

10 - Tensão superficial do fluido transmissor de Pressão

Cálculo da contribuição da incerteza da tensão superficial do Óleo de Sebacate, aplicada ao pistão de circunferência c .

$$\frac{u_{10}(A_p)}{A_p} = \frac{u_{\sigma}(A_p)}{A_p} = \frac{c}{\sum_i m_i \cdot g \cdot \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_{m_i}}\right) + \sigma \cdot c} \cdot \frac{U_{rel}(\sigma) \cdot \sigma}{k} \approx \frac{2}{p} \cdot \sqrt{\frac{\pi}{A_0}} \cdot \frac{U_{rel}(\sigma) \cdot \sigma}{k} \quad (59)$$

Foi aplicado fator de expansão $k = 2$.

11 - Posicionamento Angular do Pistão

O posicionamento angular do Pistão foi verificado com o mesmo inclinómetro de bolha embutido no corpo da balança Manométrica com que foi calibrada.

$$\frac{u_{11}(A_p)}{A_p} = \frac{u_{\Theta}(A_p)}{A_p} = \sin \Theta \cdot \frac{U(\Theta)}{k} \quad (60)$$

6.1.3 Estimativa da Incerteza Combinadas

Uma vez calculadas todas as contribuições das possíveis fontes de incertezas.

$$\frac{u_B(A_p)}{A_p} = \sqrt{\sum_{i=1, i \neq 5}^{11} \frac{u_i^2(A_p)}{A_p^2} - \frac{u_5^2(A_p)}{A_p^2}} \quad (61)$$

Incerteza combinada, de Tipo A e Tipo B referentes à balança em teste.

$$\frac{u(A_p)}{A_p} = \sqrt{\frac{u_A^2(A_p)}{A_p^2} + \frac{u_B^2(A_p)}{A_p^2}} \quad (62)$$

Incerteza combinada expandida, onde mais uma vez foi aplicado fator de expansão $k = 2$.

$$\frac{U(A_p)}{A_p} = k \cdot \frac{u(A_p)}{A_p} \quad (63)$$

6.2 Estimativa da Incerteza da Pressão Medida com a Balança de Referência

A estimativa da incerteza da Pressão é baseada na estimativa da incerteza da Área Efetiva, no certificado de calibração e das condições ambientais. Deve ser tido em consideração que várias fontes de incerteza já foram ponderadas na sua calibração, e só fontes adicionais de incerteza é que serão incluídas.

6.2.1 Incertezas de Tipo A

As incertezas de Tipo A da balança de referência já foram incluídas no cálculo da Área Efetiva e das suas incertezas, como tal não é necessário que sejam consideradas uma segunda vez.

6.2.2 Incertezas de Tipo B

Cálculo da incerteza padrão Tipo B da balança manométrica de referência:

1- Área Efetiva

São utilizados os dados conforme indicados no respectivo certificado de calibração.

$$\frac{u_1(p)}{p} = \frac{u_{A_p}(p)}{A_p} \approx \frac{U(A_p)}{k \cdot A_p} \quad (64)$$

Foi aplicado fator de expansão $k = 2$.

2- Massa

Uma vez que o conjunto de massas utilizado nesta calibração é o mesmo com que a balança manométrica foi calibrada, a incerteza proveniente das massas não necessita de ser incluída, uma vez que já foi considerada no cálculo da incerteza da Área Efetiva.

$$\frac{u_2(p)}{p} = 0 \quad (65)$$

3- Temperatura do conjunto Pistão-Cilindro.

A contribuição da incerteza proveniente na medição da temperatura do conjunto Pistão-Cilindro já foi incluída no cálculo da incerteza da Área Efetiva, como tal não deve ser considerada outra vez.

$$\frac{u_3(p)}{p} = 0 \quad (66)$$

4- Coeficiente de expansão térmica do conjunto Pistão-Cilindro

Só deve ser considerada como fonte adicional de incertezas caso o desvio da temperatura do conjunto pistão-cilindro à temperatura de referência exceda o desvio máximo da sua calibração (20 +/- 2°C), neste caso não necessita de ser considerado.

No gráfico da figura 6.1 foi representada as temperaturas registadas, a linha horizontal a temperatura de Referencia (20°C).

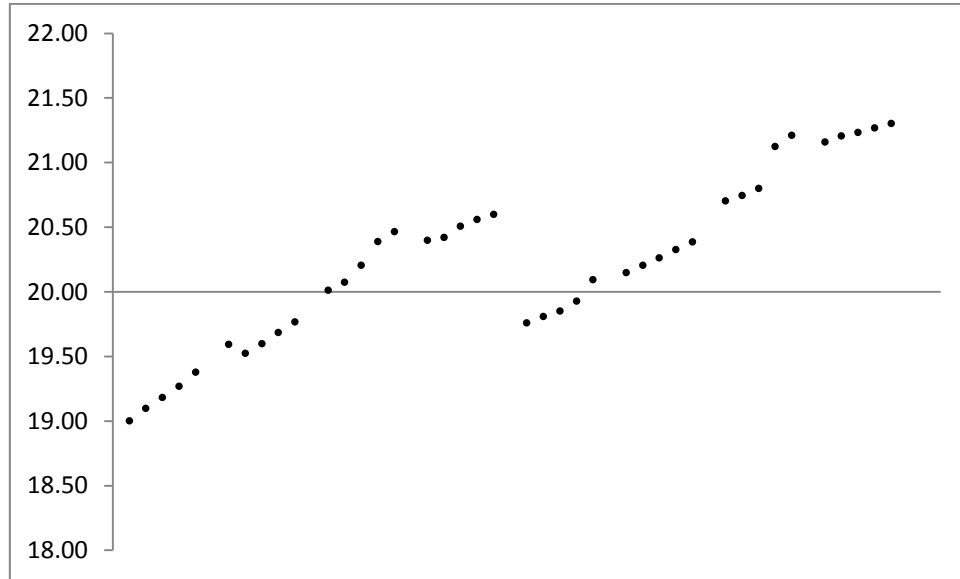


Figura 6.1 - Dispersão da temperatura do conjunto Pistão-Cilindro da balança manométrica de Referencia.

5- Aceleração gravítica local

Uma vez que não foi contabilizada no cálculo da Área Efetiva, a incerteza da aceleração gravítica no laboratório tem de ser considerada, $K = 3$.

$$\frac{u_5(p)}{p} = \frac{u_g(p)}{p} \approx \frac{U(g)}{3 \cdot g} \quad (67)$$

6- Flutuabilidade do ar

Como neste caso, não são registados valores de Pressão atmosférica, temperatura ambiente e humidade em cada ponto, é utilizado o valor convencional da densidade do ar. Tendo sido verificado que a variação máxima da densidade do ar é inferior a 5%.

$$\rho_{a_0} = 1.2 \text{ Kg} \cdot \text{m}^{-3} \quad U(\rho_{ar}) = 5 \times 10^{-2} \cdot \rho_{ar} \quad K = 3$$

$$\frac{u_6(p)}{p} = \frac{u_{\rho_{ar}}(p)}{p} \approx \frac{\sum_i \frac{m_i}{\rho_{m_i}}}{\sum_i m_i} \cdot \frac{U(\rho_{ar})}{k} \quad (68)$$

Sendo a massa volúmica de todas as massas idêntica, a expressão pode ser simplificada.

$$\frac{u_6(p)}{p} \approx \frac{1}{\rho_{m_i}} \cdot \frac{U(\rho_{ar})}{k} \quad (69)$$

7- Flutuabilidade do ar, massas.

Como a balança de Pressão utilizada utiliza o mesmo conjunto de massas com que foi calibrada, a sua contribuição já é incluída na incerteza da Área Efetiva.

$$\frac{u_7(p)}{p} = 0 \quad (70)$$

8- Coluna de Pressão Hidrostática – Diferença de altura

Qualquer diferença de altura entre o nível de referência das duas balanças vai criar um diferencial de Pressão devido à coluna hidrostática, como tal precisa de ser considerada.

$$\frac{u_8(p)}{p} = \frac{u_{\Delta h}(p)}{p} \approx \frac{\rho_f \cdot g}{p} \cdot \frac{U(\Delta h)}{k} \quad (71)$$

9- Pressão Hidrostática – Massa Volúmica do fluido transmissor de Pressão.

Uma vez que a diferença de altitude entre as duas balanças manométricas em comparação é inferior aos 5cm já considerados no cálculo da incerteza da Área Efetiva, a massa volúmica do Óleo de Sebacate não vai ter peso adicional no cálculo da Incerteza.

$$\frac{u_9(p)}{p} = 0 \quad (72)$$

10- Tensão superficial do fluido transmissor de Pressão

Contribuição já considerada no cálculo da incerteza da Área e não deve ser novamente incluída.

$$\frac{u_{10}(p)}{p} = 0 \quad (73)$$

11- Posicionamento Angular do Pistão

O posicionamento angular do Pistão foi verificado com o mesmo inclinómetro de bolha embutido no corpo da balança Manométrica com que foi calibrada, como tal já foi considerado no cálculo da incerteza da Área Efetiva.

$$\frac{u_{11}(p)}{p} = 0 \quad (74)$$

12- Limiar de discriminação

O efeito de limiar de discriminação, associado à sensibilidade de variação de Pressão, já foi contabilizado no cálculo da incerteza de Tipo A da Área Efetiva.

$$\frac{u_{12}(p)}{p} = 0 \quad (75)$$

6.2.3 Estimativa da Incerteza Combinada

Estimativa da incerteza combinada da Pressão é calculada com as contribuições das várias fontes de incerteza referidas acima.

$$\frac{u(p)}{p} = \sqrt{\sum_{i=1}^{12} \frac{u_i^2(p)}{p^2}} = \sqrt{\left(\frac{u_{Ap}(p)}{p}\right)^2 + \left(\frac{u_g(p)}{p}\right)^2 + \left(\frac{u_{\rho_{ar}}(p)}{p}\right)^2 + \left(\frac{u_{\Delta h}(p)}{p}\right)^2} \quad (76)$$

Incerteza combinada expandida:

$$\frac{U(p)}{p} = k \cdot \frac{u(p)}{p} \quad (77)$$

7. Comparação e discussão dos resultados

A tabela seguinte (tabela 7.1), apresenta os principais registos dos métodos descritos no capítulo (5), de notar a diferença registada no cálculo do coeficiente de distorção (λ), no método dos quadrados ordinários (OLS), antes e após a remoção do primeiro ponto de medição.

Tabela 7.1 - A_0 , λ e respetivas estimativas de incerteza.

	A_0	u_{A_0}	λ	u_λ
	m^2	m^2	Pa^{-1}	Pa^{-1}
OLS	8.05971546E-06	7.065125E-10	9.288505E-12	5.069337E-12
OLS-1	8.06013992E-06	3.99447373E-10	7.06114438E-12	2.57364284E-12
WLS	8.05989573E-06	3.0669437E-10	8.0076478E-12	1.6862462E-12
GLS	8.05986563E-06	2.54036308E-10	8.2084299E-12	1.4433567E-12

No gráfico em baixo (figura 7.1), a linha horizontal representa o valor teórico médio da Área Efetiva à Pressão nula (A_0), os marcadores a mesma área obtida utilizando cada um dos métodos apresentados, as linhas verticais representam a incerteza expandida (U_{A_0}), com fator de expansão considerado $k = 2$.

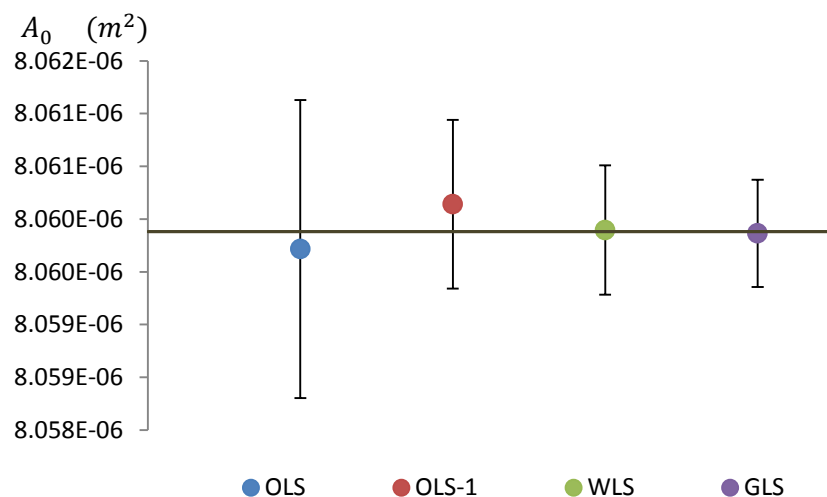


Figura 7.1 - Comparação da Área Efetiva a Pressão nula e respetivas incertezas expandidas.

Como se pode constatar, dos métodos apresentados, OLS é o que apresenta a maior incerteza de medição da Área Efetiva, existindo uma diferença considerável para o mesmo método se excluído o primeiro ponto. Sem surpresas, os métodos mais complexos são os que apresentam melhores resultados no cálculo da incerteza da Área Efetiva.

No gráfico em baixo (figura 7.2), a linha horizontal representa o valor teórico médio do coeficiente de distorção (λ). Os marcadores representam o valor de λ obtido utilizando cada um dos métodos apresentados, as linhas verticais representam a incerteza expandida (U_λ), com fator de expansão considerado $k = 2$.

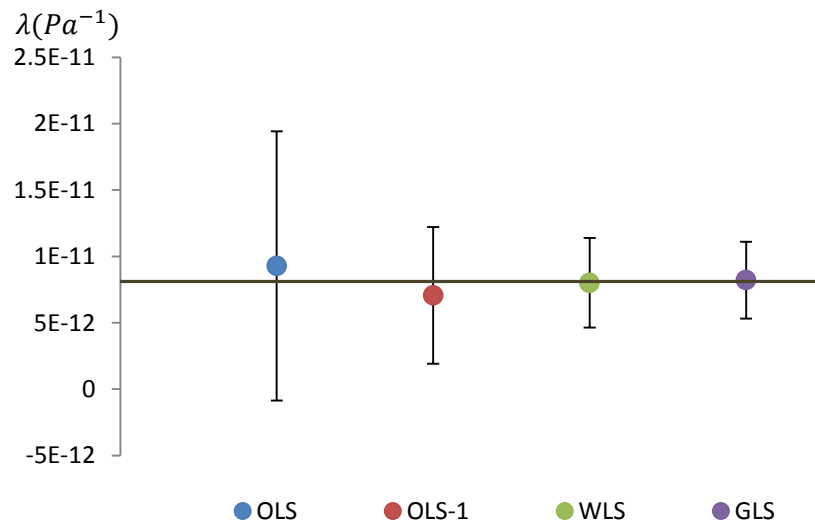


Figura 7.2 - Comparação do coeficiente de distorção e respectivas incertezas expandidas.

Os resultados obtidos da estimativa da incerteza do coeficiente de distorção seguem o mesmo padrão obtido no cálculo da Área Efetiva.

Cálculo da Área Efetiva Ajustada.

O cálculo da Área Efetiva ajustada A_p , para determinada Pressão p é calculada com recurso à equação da Área Efetiva ajustada, (equação 18), e dos dados retirados do capítulo 5, os resultados obtidos foram apresentados na tabela 7.2.

Tabela 7.2 - Área Efetiva ajustada utilizando métodos mínimos quadrados (m^2).

Pressão Nominal (MPa)	OLS	OLS-1	WLS	GLS	Média
0	8.059715E-06	8.060140E-06	8.059896E-06	8.059866E-06	8.059881E-06
3.45	8.059974E-06	8.060336E-06	8.060118E-06	8.060094E-06	8.060106E-06
5.45	8.060123E-06	8.060450E-06	8.060247E-06	8.060226E-06	8.060237E-06
10.45	8.060498E-06	8.060735E-06	8.060570E-06	8.060557E-06	8.060563E-06
20.45	8.061246E-06	8.061303E-06	8.061215E-06	8.061218E-06	8.061217E-06
30.45	8.061994E-06	8.061872E-06	8.061860E-06	8.061879E-06	8.061870E-06

Os dados da tabela 7.2 foram utilizados para criar o gráfico da figura 7.3, onde foi ainda sobreposto os valores obtidos experimentalmente.

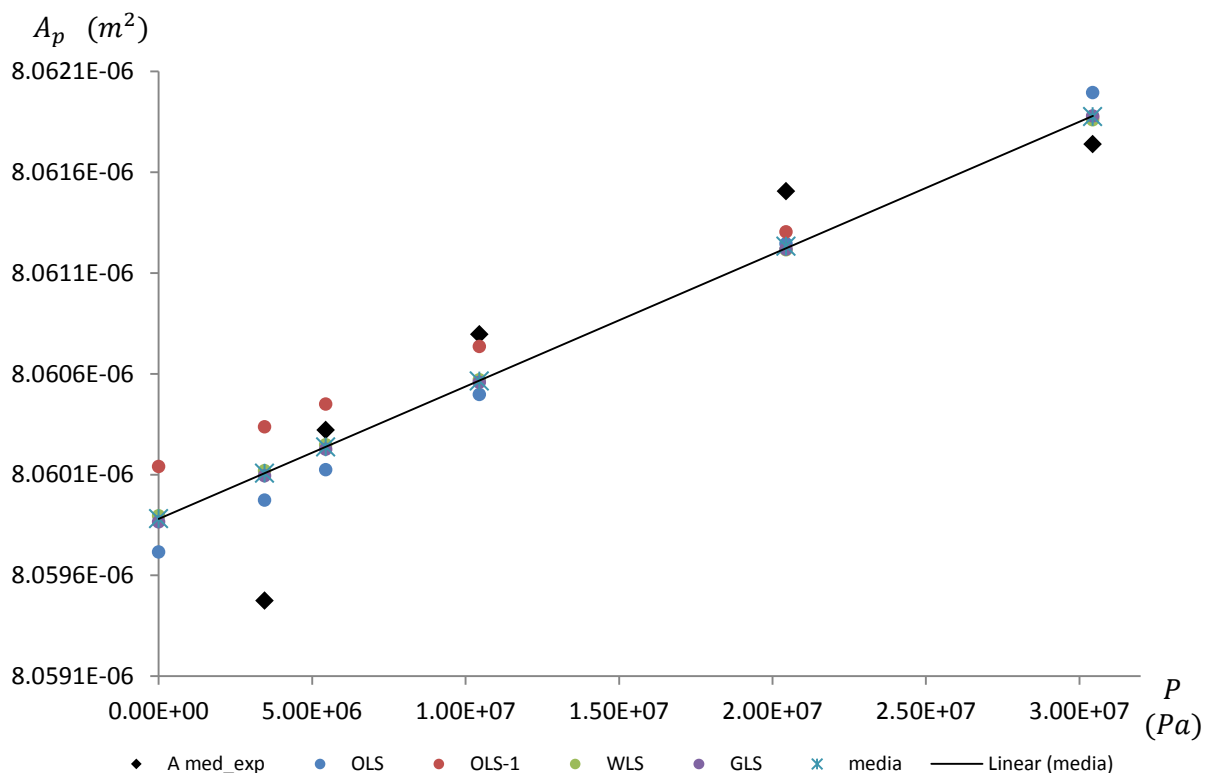


Figura 7.3 - Área Efetiva ajustada em função da Pressão.

Na tabela 7.3 foram apresentados os desvios relativos de cada um dos métodos face ao valor médio, a comparação mais extensa entre os diversos métodos encontra-se em Anexo C.

Tabela 7.3 - Desvios relativos do cálculo da Área Efetiva ajustada(m^2).

Pressão Nominal (MPa)	Média	OLS	OLS-1	WLS	GLS
0	8.059881E-06	-1.6522306E-10	2.5923881E-10	1.5051176E-11	-1.5051176E-11
3.45	8.060106E-06	-1.3240774E-10	2.3013821E-10	1.2260410E-11	-1.2260420E-11
5.45	8.060237E-06	-1.1338955E-10	2.1327290E-10	1.0643015E-11	-1.0643031E-11
10.45	8.060563E-06	-6.5841246E-11	1.7110712E-10	6.5992875E-12	-6.5993191E-12
20.45	8.061217E-06	2.9244980E-11	8.6784746E-11	-1.4872850E-12	1.4872233E-12
30.45	8.061870E-06	1.2432846E-10	2.4648133E-12	-9.5736238E-12	9.5735318E-12

Se analisarmos o gráfico da figura 7.4, é possível constatar que curiosamente os desvios não seguem a mesma tendência das incertezas calculadas, embora todos os resultados estejam dentro da gama de valores das incertezas estimadas, o segundo método dos quadrados ordinários (OLS-1) apresenta desvios consideravelmente superiores ao OLS, contrariamente à situação analisada na figura 7.1.

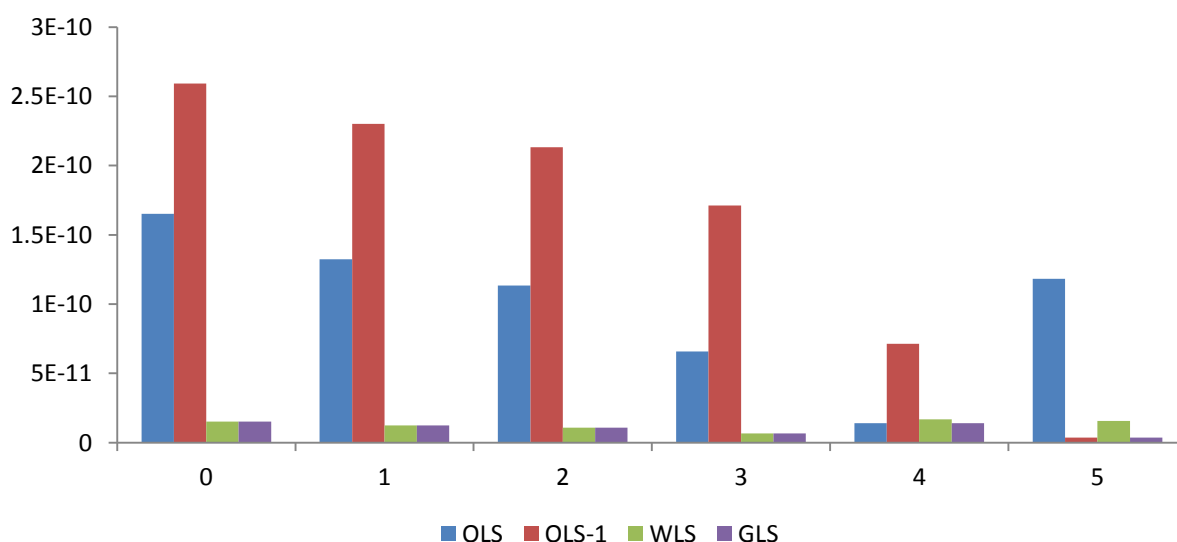


Figura 7.4 - Desvios Relativos da Área Efetiva ajustada (m^2).

O grau de equivalência $D_{i,j}$ do cálculo da Área Efetiva ajustada no ponto de medição p_i , calculada utilizando o método dos mínimos quadrados j à Área Efetiva de referência à mesma Pressão é dada pela equação 78.[22]

$$D_{i,j} = \frac{\bar{A}_{p_{i,j}} - \bar{A}_{p_{i,th}}}{2 \cdot u_{\bar{A}_{p_{i,j}}}} \quad (78)$$

$$D_{A_0} = \frac{A_0 - A_{0,th}}{2 \cdot u_{A_0}} \quad (79)$$

O mesmo princípio é aplicado para o cálculo do grau de equivalência relativo ao coeficiente de deformação, equação 80.

$$D_{\lambda} = \frac{\lambda - \lambda_{th}}{2 \cdot u_{\lambda}} \quad (80)$$

As tabelas 7.4 a 7.7 apresentam o cálculo dos graus de equivalência calculados, assim como as incertezas associadas a cada ponto, para cada um dos métodos dos mínimos quadrados utilizados no capítulo 5, a incerteza utilizada u_{A_p} , refere-se à incerteza combinada de Tipo A e Tipo B, pois de outro modo o método dos mínimos quadrados generalizados (GLS) seria penalizado pois é o único dos métodos apresentados que as considera internamente no seu desenvolvimento.

Tabela 7.4 - Grau de Equivalencia OLS.

Pressão nominal	Ap	OLS			
<i>MPa</i>	<i>m²</i>	<i>A_p</i>	<i>u_{A_p}</i>	Desvio relativo	D
0	8.0598807E-06	8.05972E-06	7.06512E-10	-1.652E-10	-0.12
3.45	8.0601061E-06	8.05997E-06	6.05139E-10	-1.324E-10	-0.11
5.45	8.0602368E-06	8.06012E-06	5.50100E-10	-1.134E-10	-0.10
10.45	8.0605634E-06	8.06050E-06	4.44610E-10	-6.584E-11	-0.07
20.45	8.0612166E-06	8.06125E-06	4.92533E-10	2.924E-11	0.03
30.45	8.0618698E-06	8.06199E-06	7.88818E-10	1.243E-10	0.08
λ med	8.10803887E-12	9.28851E-12	5.06934E-12	1.180E-12	0.12

Tabela 7.5 - Grau de Equivalencia OLS-1.

Pressão nominal	Ap	OLS-1			
<i>MPa</i>	<i>m²</i>	<i>A_p</i>	<i>u_{A_p}</i>	Desvio relativo	D
0	8.0598807E-06	8.06014E-06	7.23823E-10	2.592E-10	0.18
3.45	8.0601061E-06	8.06034E-06	5.63689E-10	2.301E-10	0.20
5.45	8.0602368E-06	8.06045E-06	4.41219E-10	2.133E-10	0.24
10.45	8.0605634E-06	8.06073E-06	3.95228E-10	1.711E-10	0.22
20.45	8.0612166E-06	8.06130E-06	6.33598E-10	8.678E-11	0.07
30.45	8.0618698E-06	8.06187E-06	7.26441E-10	2.465E-12	0.00
λ med	8.10803887E-12	7.06114E-12	4.66360E-12	-1.047E-12	-0.11

Tabela 7.6 - Grau de Equivalencia WLS.

Pressão nominal	A_p	WLS			
MPa	mm^2	A_p	u_{A_p}	Desvio relativo	D
0	8.0598807E-06	8.05990E-06	3.06694E-10	1.50512E-11	0.02
3.45	8.0601061E-06	8.06012E-06	2.82135E-10	1.22604E-11	0.02
5.45	8.0602368E-06	8.06025E-06	2.61770E-10	1.06430E-11	0.02
10.45	8.0605634E-06	8.06057E-06	2.07227E-10	6.59929E-12	0.02
20.45	8.0612166E-06	8.06122E-06	1.55044E-10	-1.48729E-12	0.00
30.45	8.0618698E-06	8.06186E-06	2.07908E-10	-9.57362E-12	-0.02
λ med	8.10803887E-12	8.00765E-12	1.68625E-12	-1.004E-13	-0.03

Tabela 7.7 - Grau de Equivalencia GLS.

Pressão nominal	A_p	GLS			
MPa	mm^2	A_p	u_{A_p}	Desvio relativo	D
0	8.0598807E-06	8.05987E-06	2.54036E-10	-1.505E-11	-0.03
3.45	8.0601061E-06	8.06009E-06	4.90948E-10	-1.22604E-11	-0.01
5.45	8.0602368E-06	8.06023E-06	4.48425E-10	-1.06430E-11	-0.01
10.45	8.0605634E-06	8.06056E-06	3.53388E-10	-6.59932E-12	-0.01
20.45	8.0612166E-06	8.06122E-06	2.71862E-10	1.48722E-12	0.00
30.45	8.0618698E-06	8.06188E-06	3.97671E-10	9.57353E-12	0.01
λ med	8.10803887E-12	8.20843E-12	1.44336E-12	1.004E-13	0.03

De modo a simplificar a análise das tabelas anteriores, foi criado um gráfico (figura 7.5) onde está representado o desvio padrão relativo de cada um dos métodos analisados, e visto que são funções lineares, foram também representadas as respectivas retas de regressão.

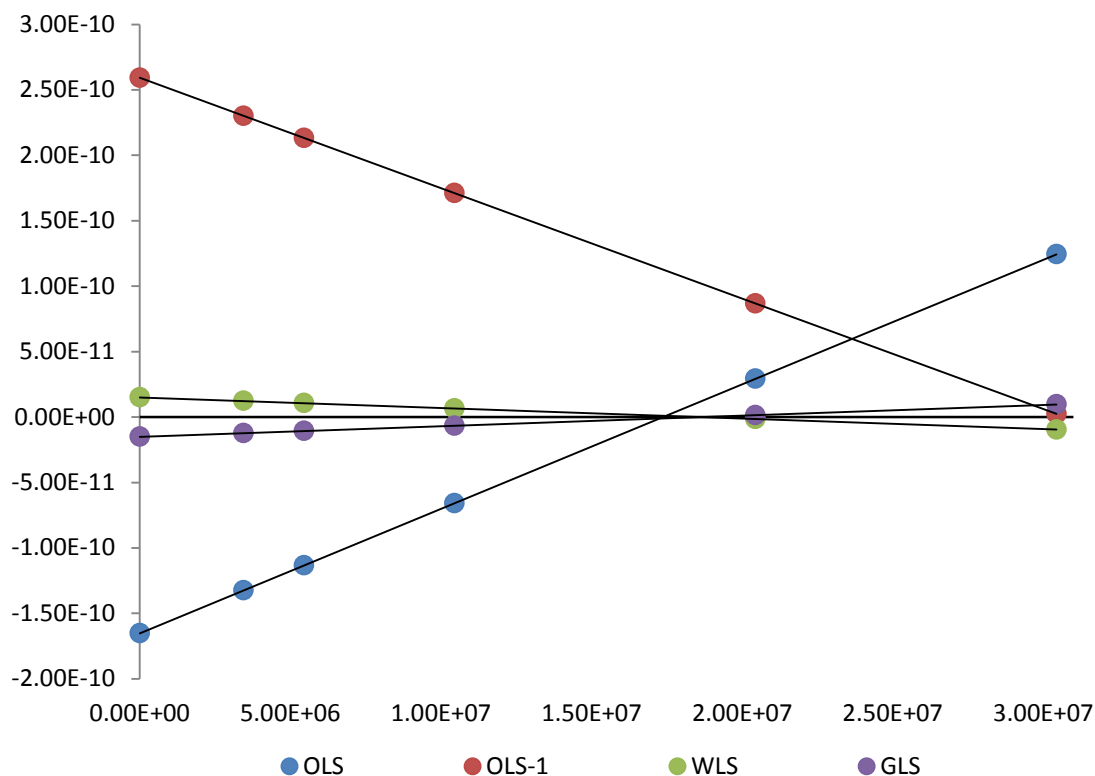


Figura 7.5 -Desvio relativo de A_p em função da Pressão.

Estes resultados podem ser quantificados analisando máximos e mínimos absolutos de cada uma das regressões, registados nos extremos da gama de pressões ensaiadas.

Tabela 7.8 - Extremos MMQ.

OLS	OLS-1	WLS	GLS
2.896E-10	2.617E-10	2.462E-11	2.462E-11

De acordo com os resultados apresentados na tabela 7.8, o método dos mínimos quadrados ordinários (OLS), é de todos o menos eficiente, embora obtenha ligeiramente melhores resultados quando excluído o primeiro ponto de medição (OLS-1), os métodos mais eficientes, e consideravelmente, são o método dos mínimos quadrados ponderados (WLS) e o método dos mínimos quadrados generalizados (GLS).

8. Conclusão

A calibração de balanças manométricas é uma tarefa complexa, e de elevada importância, uma vez que se trata de um padrão primário de pressão.

A primeira fase da presente dissertação foi realizada no âmbito de um estágio de nove meses no laboratório de massas do Instituto Português da Qualidade, onde foi adquirida experiência e conhecimento sobre o funcionamento de Balanças Manométricas.

Numa segunda fase foram elaboradas folhas de cálculo em Excel de modo a implementar, de forma simplificada, os vários métodos de cálculo dos parâmetros que definem a equação que permite o da área efetiva assim como a estimativa do seu erro. Os resultados foram satisfatórios e coerentes com resultados de comparações internacionais.

Seria interessante num estudo futuro, que fossem considerados mais pontos de medição por ciclo, de modo a melhor avaliar comparativamente os benefícios da exclusão do primeiro ponto nos diferentes métodos.

9. Bibliografia

- [1] <http://www1.ipq.pt/pt/metrologia/apresentacao/Pages/Metrologia.aspx> , janeiro 2013.
- [2] Decreto-Lei n.º 71/2012, de 21 de março
- [3] Frank M. White, Mecânica dos Fluidos, 7ª Edição, McGraw-Hill, 2010.
- [4] NPL, *Guide to the Measurement of Pressure and Vacuum*, 1998.
- [5] Dadson, R.S., Lewis, S.L. and Peggs, G.N. *The Pressure Balance _ Theory and Practice*, HMSO, 1982.
- [6] Lewis, S.L. and Peggs, G.N. *The Pressure Balance - A Practical Guide to Its Use*, HMSO, 1992.
- [7] EURAMET cg-3 *Calibration Guide - Calibration of Pressure Balances*. EURAMET, 2011.
- [8] IPQ, Vocabulário Internacional de Metrologia, 3ª edição, IPQ, 2008.
- [9] IPQ, Procedimento utilizado na Calibração de Balanças Manométricas em Pressão Relativa – 2450010508, IPQ, 2012.
- [10] IPQ, Guia para a expressão da incerteza de medição nos laboratórios de Calibração, IPQ, 2008.
- [11] *International Organisation for Standardisation, Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*, ISO, 1993.
- [12] Dr. Dietmar Steindl, Dr. Alexandros Lefkopoulos, Dr. Alexandros Lefkopoulos, Dr. Lovorca Grgec Bermanec, Eng. Sanja Bursic, Dr. Janez Setina, Dr. Mercedes Bergoglio, Eng. Isabel Spohr, Dr. Isabelle Morgado, Dr. Christian Wüthrich, Dr. Markku Rantanen & Dr. Sari Saxholm, Dr. Csilla Vámosy, Dr. Ilknur Koçaş , *Euramet Project 1125 – report draft B, Evaluation of cross-float measurements with pressure balances*, LNE, 2011.
- [13] *5000 Series, Gas and Oil pressure balances for gauge and differential pressures up to 500MPa*, Metrological Range, Desgranges et Huot.
- [14] *Manuel d'utilisation Étalon de Pression Type 5300, modele 5304*, Desgranges et Huot.
- [15] CAT. 110/3, Pressurements Limited.
- [16] *Econometrics Laboratory. Weighted Least Squares*. University of California at Berkeley, 1999.
- [17] John O. Rawlings, Sastry G. Pantula, David A. Dickey, *Applied Regression Analysis A Research Tool*, 2ª Edição, Springer, 1998.
- [18] C. Radhakrishna Rao, Helge Toutenburg, Shalabh, Christian Heumann, M. Schomaker, *Linear Models and Generalizations: Least Squares and Alternatives*, 3ª edição Springer, 2010.
- [19] Stephen L. Campbell, Carl D. Meyer, *Generalized Inverses of Linear Transformations*, 1ª Edição, SIAM, 2008.

[21] IPQ, Procedimento de utilização das Balanças Manométricas do modelo DH 5304 – 2450096532, IPQ, 2012.

[22] *Engineering Statistics Handbook*, NIST 2006

Anexo A

Termos e definições de cariz metrológico [8]

Grandeza: Propriedade de um fenómeno, corpo ou substância, que se pode exprimir quantitativamente sob a forma de um número e de uma referência

Medição: processo experimental para obter um ou mais valores razoavelmente atribuíveis a uma grandeza

Metrologia: ciência da medição e suas aplicações

Mensuranda: grandeza que se pretende medir

Valor medido: valor de uma grandeza que representa um resultado de medição

Exactidão de medição: aproximação entre um valor medido e um valor verdadeiro de uma mensuranda.

Erro de medição: diferença entre o valor medido de uma grandeza e um valor de referência.

Repetibilidade de medição: fidelidade de medição para um conjunto de condições de repetibilidade

Condições de reprodutibilidade: condição de medição num conjunto de condições, que inclui os diferentes locais, operadores e sistemas de medição e medições repetidas no mesmo objecto ou objecto similares

Reprodutibilidade de medição: fidelidade de medição para um conjunto de condições de reprodutibilidade

Incerteza de medição: parâmetro não-negativo que caracteriza a dispersão dos valores de grandeza que são atribuídos à mensuranda a partir das informações usadas.

Avaliação de Tipo A da incerteza de medição: avaliação de uma componente da incerteza de medição através da análise estatística dos valores medidos obtidos em condições de medição especificadas

Avaliação de Tipo B da incerteza de medição: avaliação de uma componente da incerteza de medição por outro processo que não a avaliação de Tipo A

Calibração: operação que, em condições especificadas, num primeiro passo, estabelece a relação entre os valores de grandeza com incertezas de medição provenientes de padrões e as indicações correspondentes com incertezas de medição associadas e, num segundo passo, usa esta informação para estabelecer uma relação para obter o resultado de medição de uma indicação

Rastreabilidade metrológica: propriedade de um resultado de medição através da qual o resultado pode ser relacionado a uma referência por intermédio de uma cadeia ininterrupta e documentada de calibrações, cada uma contribuindo para a incerteza de medição

Instrumento de medição: dispositivo utilizado para realizar medições, isolado ou em conjunto com dispositivos complementares

Ajuste de um sistema de medição: conjunto de operações realizadas num sistema de medição para que ele forneça as indicações correspondentes aos valores dados da grandeza a medir

Gama de medição: valor absoluto da diferença entre valores extremos do intervalo nominal de indicação

Valor nominal: valor arredondado ou aproximado de uma grandeza que caracteriza um instrumento de medição ou um sistema de medição que serve de guia para a sua utilização

Intervalo de medição: conjunto de valores de grandezas da mesma natureza que podem ser medidas por um dado instrumento de medição ou sistema de medição com uma dada incerteza instrumental, em condições especificadas

Condição limite de funcionamento: condição de funcionamento extrema que um instrumento de medição ou sistema de medição suporta sem avaria e sem degradação das propriedades metrológicas logo que volta a ser utilizado nas suas condições estipuladas de funcionamento

Sensibilidade: quociente da variação de uma indicação de um sistema de medição pela correspondente variação do valor da grandeza medida

Resolução: a menor variação numa grandeza a medir que provoca uma variação perceptível na correspondente indicação

Anexo B

Massas de ajuste aplicadas na balança de referência, nos ciclos A – H

	Pressão MPa	Massas de ajuste	Total de ajuste (g)
A	3.45	M_mg500 M_mg200. M_mg200	0.900168
	5.45	M_g1 M_mg200 M_mg100	1.300455
	10.45	M_g2 M_mg500 M_mg200 M_mg200. M_mg100	3.000408
	20.45	M_g5 M_mg100	5.100836
	30.45	M_g5 M_g2 M_mg100	7.101035

	Pressão MPa	Massas de ajuste	Total de ajuste (g)
B	30.45	M_g5 M_g2 M_mg500	7.501094
	20.45	M_g5 M_mg500 M_mg200 M_mg200.	5.900963
	10.45	M_g2 M_g1 M_mg500	3.500657
	5.45	M_g1 M_mg500	1.500458
	3.45	M_g1	1.000358

	Pressão MPa	Massas de ajuste	Total de ajuste (g)
C	3.45	M_g1	1.000358
	5.45	M_g1 M_mg200 M_mg200.	1.400426
	10.45	M_g2 M_g1	3.000557
	20.45	M_g5 M_mg200 M_mg200.	5.400863
	30.45	M_g5 M_g1 M_mg500 M_mg200 M_mg200.	6.901321

	Pressão MPa	Massas de ajuste	Total de ajuste (g)
D	30.45	M_g5 M_g1 M_mg500 M_mg100 M_mg50	6.651339
	20.45	M_g5 M_mg100 M_mg200 M_mg200.	5.500904
	10.45	M_g2 M_g1 M_mg200	3.200613
	5.45	M_g1 M_mg200 M_mg500	1.700514
	3.45	M_g1 M_mg200	1.200414

	Pressão MPa	Massas de ajuste	Total de ajuste (g)
E	3.45	M_g1	1.000358
	5.45	M_g1 M_mg200 M_mg500	1.700514
	10.45	M_g2 M_g1	3.000557
	20.45	M_g5 M_mg200	5.200851
	30.45	M_g5 M_g2 M_mg500 M_mg200 M_mg200.	7.901162

	Pressão MPa	Massas de ajuste	Total de ajuste (g)
F	30.45	M_g5 M_g2 M_mg500 M_mg200	7.70115
	20.45	M_g5 M_g1	6.001153
	10.45	M_g2 M_g1	3.000557
	5.45	M_g1 M_mg200	1.200414
	3.45	M_g1	1.000358

	Pressão MPa	Massas de ajuste	Total de ajuste (g)
G	3.45	M_g1	1.000358
	5.45	M_g1 M_mg200 M_mg200.	1.400426
	10.45	M_g2 M_mg500 M_mg200	2.700355
	20.45	M_g2 M_g2. M_mg500	4.500601
	30.45	M_g5 M_g2 M_mg100 M_mg200	7.301091

	Pressão MPa	Massas de ajuste	Total de ajuste (g)
H	30.45	M_g5 M_g2 M_mg100 M_mg200	7.301091
	20.45	M_g5 M_mg50	5.050840
	10.45	M_g2 M_g1 M_mg500	3.500657
	5.45	M_g1 M_mg500	1.500458
	3.45	M_g1	1.000358

Anexo C

Desvios Relativos

P0	OLS	OLS -1	WLS	GLS	Média
OLS	-	4.24462E-10	1.80274E-10	1.50172E-10	1.65223E-10
OLS -1	4.24462E-10	-	2.44188E-10	2.7429E-10	2.59239E-10
WLS	1.80274E-10	2.44188E-10	-	3.01024E-11	1.50512E-11
GLS	1.50172E-10	2.7429E-10	3.01024E-11	-	1.50512E-11
Média	1.65223E-10	2.59239E-10	1.50512E-11	1.50512E-11	-

P1	OLS	OLS -1	WLS	GLS	Média
OLS	-	3.62546E-10	1.44668E-10	1.20147E-10	1.32408E-10
OLS -1	3.62546E-10	-	2.17878E-10	2.42399E-10	2.30138E-10
WLS	1.44668E-10	2.17878E-10	-	2.45208E-11	1.22604E-11
GLS	1.20147E-10	2.42399E-10	2.45208E-11	-	1.22604E-11
Média	1.32408E-10	2.30138E-10	1.22604E-11	1.22604E-11	-

P2	OLS	OLS -1	WLS	GLS	Média
OLS	-	3.26662E-10	1.24033E-10	1.02747E-10	1.1339E-10
OLS -1	3.26662E-10	-	2.0263E-10	2.23916E-10	2.13273E-10
WLS	1.24033E-10	2.0263E-10	-	2.1286E-11	1.0643E-11
GLS	1.02747E-10	2.23916E-10	2.1286E-11	-	1.0643E-11
Média	1.1339E-10	2.13273E-10	1.0643E-11	1.0643E-11	-

P3	OLS	OLS -1	WLS	GLS	Média
OLS	-	2.36948E-10	7.24405E-11	5.92419E-11	6.58412E-11
OLS -1	2.36948E-10	-	1.64508E-10	1.77706E-10	1.71107E-10
WLS	7.24405E-11	1.64508E-10	-	1.31986E-11	6.5993E-12
GLS	5.92419E-11	1.77706E-10	1.31986E-11	-	6.5993E-12
Média	6.58412E-11	1.71107E-10	6.5993E-12	6.5993E-12	-

P4	OLS	OLS -1	WLS	GLS	Média
OLS	-	5.75398E-11	3.07323E-11	2.77578E-11	1.38789E-11
OLS -1	5.75398E-11	-	8.8272E-11	8.52975E-11	7.14186E-11
WLS	3.07323E-11	8.8272E-11	-	2.97451E-12	1.68534E-11
GLS	2.77578E-11	8.52975E-11	2.97451E-12	-	1.38789E-11
Média	1.38789E-11	7.14186E-11	1.68534E-11	1.38789E-11	-

P5	OLS	OLS -1	WLS	GLS	Média
OLS	-	1.21864E-10	1.33902E-10	1.14755E-10	1.18309E-10
OLS -1	1.21864E-10	-	1.20384E-11	7.10872E-12	3.55436E-12
WLS	1.33902E-10	1.20384E-11	-	1.91472E-11	1.55928E-11
GLS	1.14755E-10	7.10872E-12	1.91472E-11	-	3.55436E-12
Média	1.18309E-10	3.55436E-12	1.55928E-11	3.55436E-12	-